

## Metode uji standar untuk kehilangan minyak lumas akibat penguapan dengan metode Noack

*Standard Test Method for Evaporation Loss of Lubricating Oils  
by the Noack Method*

(ASTM D5800-10, IDT)





© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



*"This Standard is identical to **ASTM D5800-10, Standard Test Method for Evaporation Loss of Lubricating Oils by the Noack Method**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.  
Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8259:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	iii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Acuan normatif .....	2
3 Istilah dan definisi .....	2
4 Ringkasan metode uji .....	3
5 Arti dan kegunaan .....	3
Prosedur A.....	3
6 Peralatan.....	3
7 Pereaksi dan bahan .....	6
8 Bahaya.....	7
9 Penyiapan peralatan .....	7
10 Verifikasi .....	10
11 Prosedur .....	13
12 Perhitungan dan hasil .....	13
13 Pelaporan.....	13
14 Presisi dan bias.....	14
Prosedur B — Peralatan <i>Non-Woods metal</i> .....	15
15 Pengantar .....	15
16 Peralatan.....	15
17 Pereaksi dan bahan .....	18
18 Bahaya.....	18
19 Persiapan alat.....	19
20 Verifikasi .....	19
21 Prosedur .....	25
22 Perhitungan.....	26
23 Pelaporan.....	27
24 Presisi dan bias.....	28
Prosedur C pengujian volatilitas dengan Selby Noack .....	30
25 Peralatan.....	30
26 Pereaksi dan bahan .....	30
27 Persiapan peralatan.....	31
28 Kalibrasi .....	32
29 Prosedur sampel.....	37



30	Pembersihan.....	37
31	Perhitungan .....	39
32	Pelaporan .....	39
33	Presisi .....	39
34	<i>Quality control</i> untuk prosedur A, B, dan C .....	40
35	Kata kunci .....	41
	Lampiran (informatif) X1. Petunjuk penting untuk volatilitas NOACK (Prosedur A dan B) ....	42
	Lampiran (informatif) X2. Petunjuk penting untuk volatilitas SELBY–NOACK (Prosedur C).	46
	Lampiran (informatif) X3. <i>Deflector</i> aliran udara peralatan noack yang digunakan dalam prosedur A dan B.....	47
	Ringkasan perubahan.....	49





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8259:2016, *Metode uji standar untuk kehilangan minyak lumas akibat penguapan dengan metode Noack* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D5800-10, *Standard Test Method for Evaporation Loss of Lubricating Oils by the Noack Method*, dengan metode terjemahan.

SNI ini disusun untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 22-23 November 2012 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D5800-10 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.



## Metode uji standar untuk kehilangan minyak lumpas akibat penguapan dengan metode Noack<sup>1</sup>

## Standard test method for evaporation loss of lubricating oils by the Noack method<sup>1</sup>

### 1 Ruang lingkup\*

1.1 Metode uji ini mencakup tiga prosedur untuk menentukan kehilangan minyak lumpas akibat penguapan (khususnya minyak lumpas mesin). Prosedur A menggunakan alat uji penguapan Noack. Prosedur B menggunakan alat uji penguapan Noack *non-Woods metal* otomatis, dan prosedur C menggunakan alat uji volatilitas Selby-Noack. Metode uji ini berkaitan dengan satu set kondisi operasi, namun bisa dengan segera disesuaikan dengan kondisi lain jika perlu.

1.2 Hasil Noack yang ditentukan menggunakan Prosedur A dan B menunjukkan perbedaan yang konsisten. Prosedur A memberi hasil yang sedikit lebih rendah dibanding Prosedur B pada minyak lumpas mesin, sedang Prosedur A memberikan hasil lebih tinggi dibanding Prosedur B pada minyak lumpas dasar.

1.3 Nilai yang dinyatakan dalam satuan SI dianggap sebagai standar. Tidak ada unit pengukuran lain yang termasuk dalam standar ini.

1.4 *Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan, jika ada, yang berhubungan dengan penggunaannya. Pengguna standar ini bertanggung jawab untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan menentukan kesesuaian batasan peraturan sebelum menggunakan standar ini.*

<sup>1</sup> Metode pengujian ini disusun berdasarkan yurisdiksi Komite D02 ASTM tentang Produk-Produk Minyak bumi dan Pelumas, dan merupakan tanggung jawab langsung Subkomite D02.06 Bidang Analisis Minyak Pelumas.

Edisi saat ini disahkan pada tanggal 1 Agustus 2010, diterbitkan pada Agustus 2010. Naskah aslinya disahkan pada tahun 1995. Edisi sebelumnya telah disahkan pada tahun 2008 sebagai D5800-08. DOI: 10.1520/D5800-10.

\* Ringkasan perubahan diberikan pada akhir standar ini.

### 1 Scope\*

1.1 This test method covers three procedures for determining the evaporation loss of lubricating oils (particularly engine oils). Procedure A uses the Noack evaporative tester equipment; Procedure B uses the automated non-Woods metal Noack evaporative apparatus; and Procedure C uses Selby-Noack volatility test equipment. The test method relates to one set of operating conditions but may be readily adapted to other conditions when required.

1.2 Noack results determined using Procedures A and B show consistent differences. Procedure A gives slightly lower results versus Procedure B on formulated engine oils, while Procedure A gives higher results versus Procedure B on basestocks.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.06 on Analysis of Lubricants.

Current edition approved Aug. 1, 2010. Published August 2010. Originally approved in 1995. Last previous edition approved in 2008 as D5800-08. DOI: 10.1520/D5800-10.

\* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.





## 2 Acuan normatif

### 2.1 Standar ASTM:<sup>2</sup>

D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

D4177, *Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

D6299, *Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*

D6300, *Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants*

### 2.2 Standar DIN:<sup>3</sup>

DIN 1725, *Specification for Aluminum Alloys*

DIN 12785, *Specifications for Glass Thermometers*

## 3 Istilah dan definisi

### 3.1 Definisi istilah khusus untuk standar ini

#### 3.1.1

**kehilangan akibat penguapan— pada minyak lumas dengan metode Noack**

massa uap minyak ringan menghilang jika minyak dipanaskan dalam cawan uji yang dialiri udara dengan aliran konstan.

#### 3.1.2

**volatilitas**

kecenderungan suatu cairan untuk membentuk uap.

<sup>2</sup> Untuk standar ASTM acuan, bukalah website ASTM, [www.astm.org](http://www.astm.org), atau hubungi Pelayanan Konsumen ASTM di [service@astm.org](mailto:service@astm.org). Untuk informasi Buku Tahunan Standar ASTM, Baca halaman Ringkasan Dokumen standar di website ASTM.

<sup>3</sup> Diperoleh dari *Deutsches Institut für Normung*, Beuth Verlag GmbH, Burggrafen Strasse 6, 1000 Berlin 30, Jerman.

## 2 Referenced documents:<sup>2</sup>

### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

D4177, *Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

D6299, *Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance*

D6300, *Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants*

### 2.2 DIN Standards:<sup>3</sup>

DIN 1725, *Specification for Aluminum Alloys*

DIN 12785, *Specifications for Glass Thermometers*

## 3 Terminology

### 3.1 Definitions of terms specific to this standard:

#### 3.1.1

**evaporation loss— of a lubricating oil by the Noack method**

that mass of volatile oil vapors lost when the oil is heated in a test crucible through which a constant flow of air is drawn.

#### 3.1.2

**volatility**

the tendency of a liquid to form a vapor.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

<sup>3</sup> Available from *Deutsches Institut für Normung*, Beuth Verlag GmbH, Burggrafen Strasse 6, 1000 Berlin 30, Germany.



## 4 Ringkasan metode uji

4.1 Sampel dengan jumlah yang ditentukan dituangkan ke dalam cawan penguapan atau labu reaksi kemudian panaskan hingga 250 °C bersamaan dengan itu dialirkan udara dengan kecepatan konstan selama 60 menit. Kehilangan massa minyak ditetapkan.

4.2 Uji antar laboratorium telah menunjukkan bahwa Prosedur A, Prosedur B, dan Prosedur C memberikan hasil yang ekuivalen, dengan koefisien korelasi  $R^2 = 0,996$ . Lihat laporan riset studi antar laboratorium *Selby-Noack*.

## 5 Arti dan kegunaan

5.1. Kehilangan akibat penguapan merupakan sesuatu yang penting dalam pelumasan mesin. Ketika terjadi temperatur tinggi, sebagian dari minyak dapat menguap.

5.2 Penguapan dapat menambah konsumsi pelumas dalam mesin dan dapat mengakibatkan perubahan sifat minyak.

5.3 Pada umumnya pabrikan mesin menetapkan jumlah maksimum kehilangan akibat penguapan yang diperbolehkan.

5.4 Beberapa pabrikan mesin dalam menetapkan jumlah maksimum kehilangan akibat penguapan yang diperbolehkan, mencantumkan metode uji ini bersama spesifikasinya.

5.5 Prosedur C, menggunakan peralatan *Selby-Noack*, juga memperbolehkan pengumpulan uap minyak untuk menentukan sifat fisika dan kimianya. Analisa elementer dari uap yang terkumpul dapat digunakan untuk mengetahui komponen yang ada misalnya fosfor, yang dikaitkan dengan penurunan kualitas secara dini dari katalis sistem emisi.

### Prosedur A

## 6 Peralatan

6.1 Alat uji penguapan Noack, terdiri dari:

## 4 Summary of test method

4.1 A measured quantity of sample is placed in an evaporation crucible or reaction flask that is then heated to 250 °C with a constant flow of air drawn through it for 60 min. The loss in mass of the oil is determined.

4.2 Interlaboratory tests have shown that Procedure A, Procedure B, and Procedure C yield essentially equivalent results, with a correlation coefficient of  $R^2 = 0,996$ . See the research report<sup>4</sup> for the *Selby-Noack* interlaboratory study.

## 5 Significance and use

5.1 The evaporation loss is of particular importance in engine lubrication. Where high temperatures occur, portions of an oil can evaporate.

5.2 Evaporation may contribute to oil consumption in an engine and can lead to a change in the properties of an oil.

5.3 Many engine manufacturers specify a maximum allowable evaporation loss.

5.4 Some engine manufacturers, when specifying a maximum allowable evaporation loss, quote this test method along with the specifications.

5.5 Procedure C, using the *Selby-Noack* apparatus, also permits collection of the volatile oil vapors for determination of their physical and chemical properties. Elemental analysis of the collected volatiles may be helpful in identifying components such as phosphorous, which has been linked to premature degradation of the emission system catalyst.

### Procedure A

## 6 Apparatus

6.1 Noack evaporative tester, comprising



the following:

6.1.1 Unit blok pemanas elektrik, terbuat dari campuran aluminium tempa (lihat DIN 1725, Lembar 1), diisolasi pada selubung dan alasnya untuk menghindari hilangnya panas. (**Peringatan** — Blok ini dipanaskan hingga 250 °C). Blok ini dipanaskan secara elektrik dengan pemanas pada bagian alas dan selubung, dengan konsumsi total daya listrik 1 sampai 1,2 kW. Pada keadaan ini perbedaan antara kedua konsumsi daya listrik tidak boleh melebihi 0,15 kW. Di tengah blok pemanas, terdapat rongga melingkar untuk memasang cawan penguapan. Ruang di antara blok dan cawan diisi dengan campuran Woods atau yang sejenis. Dua kaitan pada blok mencegah cawan naik di dalam penangas cairan logam. Dua buah rongga tambahan yang melingkar dengan jarak yang sama dari titik tengah blok disiapkan untuk termometer (lihat Gambar 1).

6.1.2 Cawan penguapan, dengan tutup ulir. Cawan ini terbuat dari *stainless steel* (lihat Gambar 2). Di atas cincin penyangga terdapat ulir untuk tutup. Tutup yang terbuat dari kuningan berlapis nikel dilekatkan hingga kedap udara ke cawan tersebut dengan permukaan perekat berbentuk kerucut (lihat Gambar 3). Tiga buah nosel terbuat dari *hardened steel* memungkinkan aliran udara melewati tutupnya. Pipa ekstraksi, yang miring ke bawah, melintas dari penghubung yang diberi alur dan direkat di tengah-tengah penutupnya.

6.2 Timbangan, mampu menimbang sedikitnya 200 gram dengan ketelitian mendekati 0.01 gram

6.3 Klem dan pengencang cawan

6.4 *Reamer*, diameter 2 mm

6.5 *Ball bearing*, diameter 3.5 mm

6.6 Termometer, M260 (lihat DIN 12785) atau alat sensor temperatur yang mampu membaca temperatur hingga 0,1 °C. Termometer ini harus dikalibrasi dengan prosedur yang benar dan interval yang sesuai (umumnya dilakukan enam bulan sekali).

6.1.1 *Electrically Heated Block Unit*, made from a malleable aluminium alloy (see DIN 1725, Sheet 1), insulated at the jacket and base against loss of heat. (**Warning**— This block is heated to 250 °C.) The block is heated electrically by a base and jacket heater, having a total power consumption of 1 to 1,2 kW. In this respect the difference between both individual power consumption should not exceed 0,15 kW. In the center of the heating block, there is a circular recess to insert the evaporating crucible, the space between block and crucible being filled with Woods alloy or a suitable equivalent. Two catches on the block prevent the crucible from rising in the liquid metal bath. Two additional circular recesses at equal intervals from the center of the block are provided for the thermometers (see Fig. 1).

6.1.2 Evaporating crucible, with screw cover. The crucible is made of stainless steel (see Fig. 2). Above the support ring is the thread for the cover. The nickel-plated brass cover is hermetically sealed to the crucible by an internal conical sealing surface (see Fig. 3). Three nozzles of hardened steel permit the air stream to pass through the cover. The extraction tube, which slopes downward, leads from a threaded and sealed connection in the center of the cover.

6.2 Balance, capable of weighing at least 200 g to the nearest 0.01 g.

6.3 Crucible clamp and spanner.

6.4 Reamer, 2-mm diameter.

6.5 Ball Bearing, 3.5-mm diameter.

6.6. Thermometer, M260 (see DIN 12785) or temperature sensing device capable of reading temperature to 0,1 °C. The thermometer should be calibrated with appropriate procedure at appropriate frequency (generally every six months).



6.7 Termometer kontrol jenis kontak (untuk manual).

6.7 Contact type control thermometer (for manual).

6.8 Gelas Y, dengan diameter dalam 4 mm. Lengan tegak lurus, masing-masing sepanjang 45 mm, harus membentuk sudut sedemikian rupa sehingga lengan yang terhubung dengan pipa ekstraksi cawan dan gelas Y membentuk garis lurus. Panjang lengan vertikal 60 mm dan bersudut 45°.

6.8 Glass Y-piece, an internal diameter of 4 mm. The upright arms, each 45-mm long, should form an angle such that the arm connected to the crucible extraction tube and the Y-piece form a straight line. The vertical arm is 60-mm long and beveled at 45°.

6.9 Glass delivery tubes, dengan diameter dalam 4 mm, tiap lengan panjangnya 100 mm, bersudut 45° pada ujung masuk dan keluar botol.

6.9 Glass delivery tubes, an internal diameter of 4 mm, each arm length 100 mm, beveled at 45° at ends entering and leaving the bottles.

6.9.1 Dibengkokkan dengan sudut sekitar 80°.

6.9.1 Bent at an angle of approximately 80°.

6.9.2 Dibengkokkan dengan sudut sekitar 100°, jarak dari dasar botol 20 mm.

6.9.2 Bent at an angle of approximately 100°, length to 20 mm of bottle base.

6.9.3 Dibengkokkan dengan sudut sekitar 90°.

6.9.3 Bent at an angle of approximately 90°.

6.10 Dua botol gelas, dengan kapasitas sekitar 2 liter, ditutup dengan sumbat karet yang dilubangi untuk pipa masuk dan keluar (lihat Gambar 4).

6.10 *Two Glass Bottles*, approximately 2-L capacity, fitted with rubber bungs bored to receive inlet and outlet tubes (see Fig. 4).

6.11 Manometer miring, berisi air, dengan presisi 0,2 mm H<sub>2</sub>O atau sensor tekanan yang cocok dan mampu mengukur 20 ± 0,2 mmH<sub>2</sub>O (transducer 0 hingga 50 mm tekanan H<sub>2</sub>O terbukti memuaskan).

6.11 Manometer, inclined form, water-filled, precision 0,2 mm H<sub>2</sub>O or suitable pressure sensor capable of measuring 20 ± 0,2 mm of H<sub>2</sub>O (a 0 to 50-mm H<sub>2</sub>O pressure transducer has been found to be satisfactory).

**CATATAN 1** Beberapa manometer menggunakan air sebagai fluida acuan, yang lain menggunakan cairan dengan densitas lebih rendah dikorelasikan untuk pembacaan dalam milimeter air. Pengguna harus yakin bahwa manometernya berisi fluida acuan dengan densitas yang tepat.

**NOTE 1** Some manometers use water as the reference fluid, others may use a lower density fluid correlated to read in millimetres of water. Users should ensure that the manometer is filled with the correct density reference fluid.

6.12 Gelas T, dengan katup pembuang terpasang.

6.12 Glass T-piece, with bleed valve attached.

6.13 Pompa vakum.

6.13 Vacuum pump.

6.14 Timer, dengan akurasi 0,2 detik.

6.14 Timer, with accuracy of 0,2 s.

6.15 Tabung karet silikon, disesuaikan ukurannya, dengan diameter dalam 4 mm.

6.15 Silicone rubber tubing, cut to size, with an internal diameter of 4 mm.





6.15.1 Diperlukan 3 buah dengan panjang 40 mm.

6.15.2 Panjang 300 mm, dan

6.15.3 Panjang 100 mm.

**CATATAN 2** Penggunaan peralatan otomatis dibenarkan selama dapat memberikan hasil yang ekuivalen seperti yang ditentukan dalam metode uji ini. Semua dimensi perangkat keras, yang membentuk blok, cawan, kapasitas panas, dan seterusnya, serta peralatan gelas harus sesuai dengan spesifikasi yang diberikan dalam metode uji ini.

## 7 Pereaksi dan bahan

7.1 Larutan pembersih — dianjurkan menggunakan campuran nafta dan toluena untuk membersihkan cawan (**Peringatan** — mudah menyala, uap berbahaya) Perendaman sepanjang malam jika diperlukan.

7.2 Minyak yang nilai penguapannya sudah diketahui telah disediakan oleh penyedia. Beberapa contoh minyak tersebut termasuk RL-N, RL 172, dan RL 223, yang disediakan oleh CEC. Minyak lain yang disediakan oleh vendor lain juga dapat digunakan.

7.3 Sarung tangan isolator panas.

7.4 Kuas, misalnya kuas untuk asam tinner (lebar 15 sampai 25 mm)

7.5 Woods metal<sup>4</sup> atau bahan yang dapat mentransfer panas — (**Peringatan**— Woods Metal mengandung timbel (25%), bismuth (50%), antimoni (12,5%), dan kadmium (12,5%); bahan tersebut terbukti berbahaya bagi kesehatan. Hindari kontak dengan kulit setiap saat.)

<sup>4</sup> Sumber pemasok tunggal dari *Woods Metal* yang telah dikenal oleh komisi saat ini adalah Sigma-Aldrich, Customer Support, P.O. Box 14508, St. Louis, MO 63178. Jika Anda mengenal pemasok alternatif harap sampaikan informasi ini kepada kantor pusat *ASTM International*. Usul Anda akan sangat diperhatikan selama rapat komisi teknis yang bertanggung jawab, dimana Anda mungkin ikut menghadiri.

6.15.1 40-mm long; three pieces required,

6.15.2 300-mm long, and

6.15.3 100-mm long.

**NOTE 2** The use of automated equipment is permissible as long as it gives equivalent results specified in this test method. All hardware dimensions, make-up of the block, crucible, heat capacity, and so forth, and glassware must conform to the specifications given in this test method.

## 7 Reagents and materials

7.1 Cleaning solvent—A mixture of naphtha and toluene is recommended for the cleaning of the crucible. (**Warning**— Flammable, vapor harmful.) Overnight soaking may be necessary.

7.2 Oils having a known evaporative loss, the value of which is provided by the oil supplier. Some examples of such oils include RL-N, RL 172, and RL 223, supplied by CEC. Other oils supplied by other vendors may also be used.

7.3 Insulated gloves.

7.4 Paint brush, such as a tinnerps acid brush (15 to 25-mm width).

7.5 Woods metal<sup>4</sup> or suitable heat transfer material—(**Warning**—Woods metal contains lead (25 %), bismuth (50 %), antimony (12,5 %), and cadmium (12,5 %); these have been found to be health hazardous. Avoid contact with skin at all times.)

<sup>4</sup> The sole source of supply of Woods metal known to the committee at this time is Sigma-Aldrich, Customer Support, P.O. Box 14508, St. Louis, MO 63178. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,<sup>1</sup> which you may attend.



## 8 Bahaya

8.1 Bahaya keselamatan — diasumsikan bahwa setiap orang yang menggunakan metode uji ini sudah terlatih dan mengenal semua praktek normal di laboratorium, atau dengan pengawasan langsung dari orang dengan klasifikasi tersebut. Merupakan tanggung jawab operator untuk memastikan bahwa semua persyaratan hukum dan undang-undang setempat dipenuhi.

8.2 (**Peringatan** — meskipun metode uji meminta ruangan yang bebas dari aliran udara, uap dari minyak dibuang ke udara luar melalui saluran ventilasi. Tindakan pencegahan perlu dilakukan terhadap kemungkinan kebakaran atau ledakan).

**CATATAN 3** Salah satu cara untuk mencapai lingkungan bebas aliran udara dan pengoperasian alat agar lebih aman dalam metode uji ini dijelaskan dalam Lampiran X3.

8.3 Cara alternatif untuk mencegah aliran udara yang dijelaskan dalam Lampiran X3 tidak digunakan dalam pengembangan pernyataan presisi metode uji.

## 9 Penyiapan peralatan

9.1 Standar perakitan alat-alat ditunjukkan dalam Gambar 5. Untuk menghindari gangguan terhadap kesetimbangan panas, peralatan harus dirakit di area yang bebas aliran udara dan sesuai dengan dimensi dan peralatan seperti pada Gambar 5 (lihat Subpasal 8.2).

9.2 Tambahkan *Woods metal* secukupnya atau bahan sejenis ke lubang di blok pemanas sehingga setelah cawan dan termometer dipasang, celah sisa akan berisi logam yang melebur.

9.3 Dengan laju pemanasan setinggi mungkin, naikan temperatur blok pemanas hingga *Woods Metal* melebur. Pasang termometer dengan *bulb* menyentuh dasar lubang, dan pastikan bahwa termometer tersebut menempel pada bagian belakang blok pemanas. Atur aliran listrik ke blok pemanas hingga temperaturnya dapat dipertahankan pada  $(250 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$ .

## 8 Hazards

8.1 Safety hazards— It is assumed that anyone using this test method will either be fully trained and familiar with all normal laboratory practices, or will be under the direct supervision of such a person. It is the responsibility of the operator to ensure that all local legislative and statutory requirements are met.

8.2 (**Warning**—Though the test method calls for a draft free area, the exhaust fumes from the evaporating oil must be ventilated to an outside source. Precaution shall be taken to avoid any possibility of fire or explosion.)

**NOTE 3** One way to achieve a draft-free environment and greater safety in operation for the instruments used in this test method is described in Appendix X3.

8.3 An alternate means for preventing draft described in Appendix X3 was not used in the development of the test method precision statement.

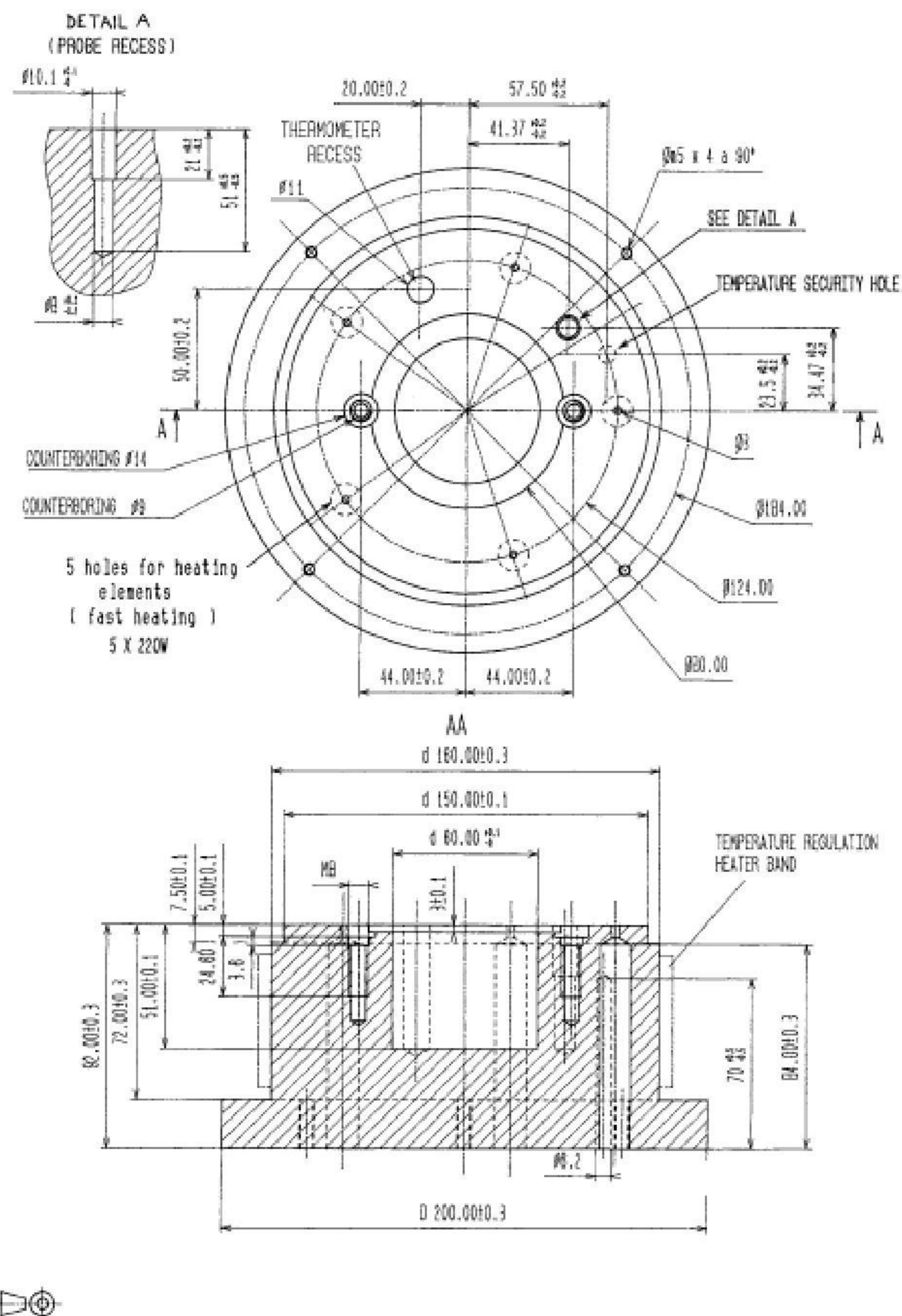
## 9 Preparation of apparatus

9.1 A standard assembly of the apparatus is shown in Fig. 5. To avoid disturbing the thermal equilibrium, the apparatus shall be assembled in a draft free area and comply with Fig. 5 in dimensions and apparatus. (See 8.2.)

9.2 Add sufficient Woods metal or equivalent material to the recesses of the heating block so that, with the crucible and thermometer in place, the remaining spaces will be filled with the molten metal.

9.3 Using the highest heating rate possible, raise the temperature of the heating block until the Woods metal is molten. Insert the thermometers with their bulbs touching the bottom of the recesses, and ensure that the contact thermometer is plugged in the back of the heating block. Adjust the power supplied to the heating block so that the temperature can be maintained at  $(250 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$ .

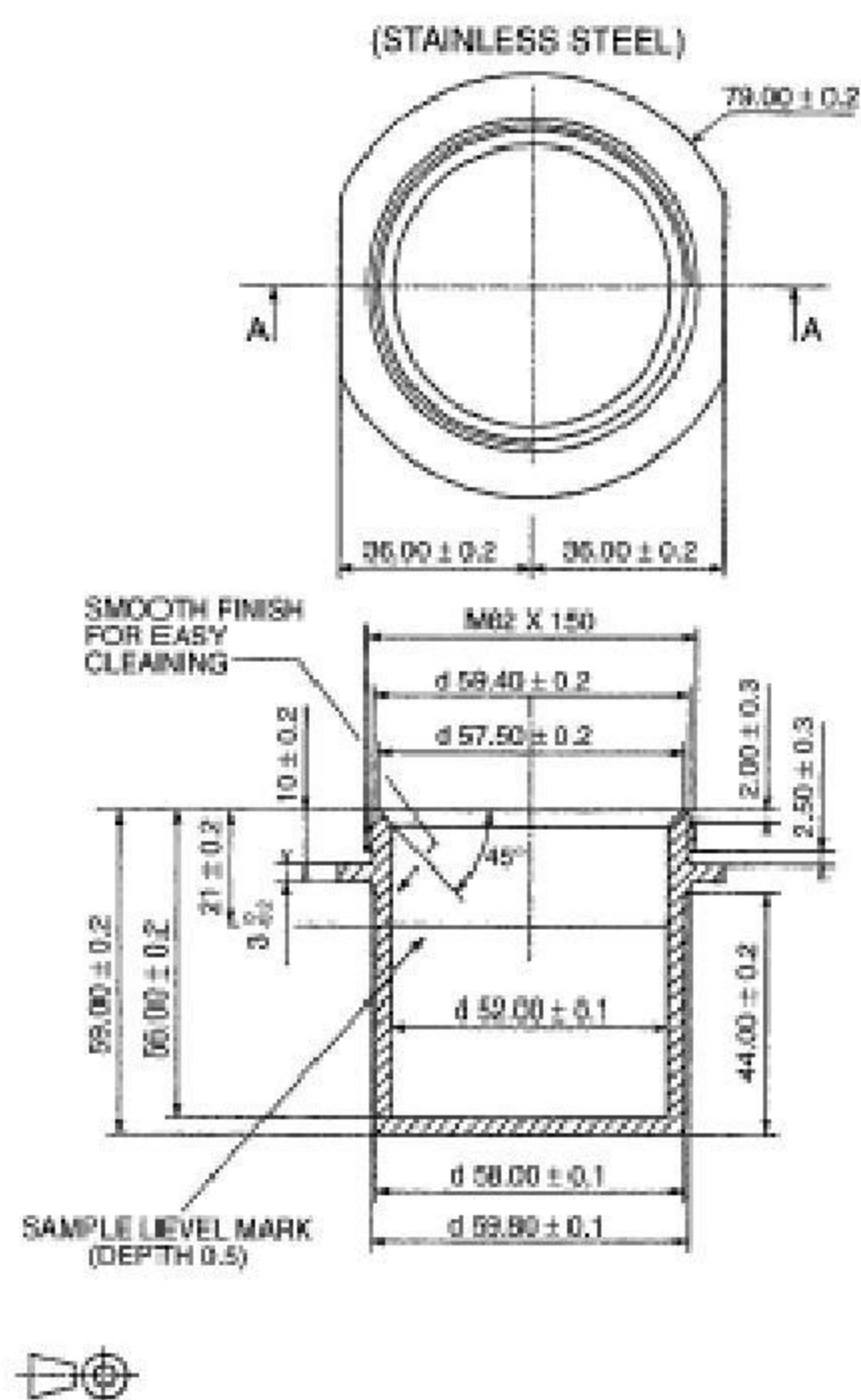




**CATATAN** – Semua dimensi dalam milimeter.  
**NOTE** – All dimensions in millimetres.

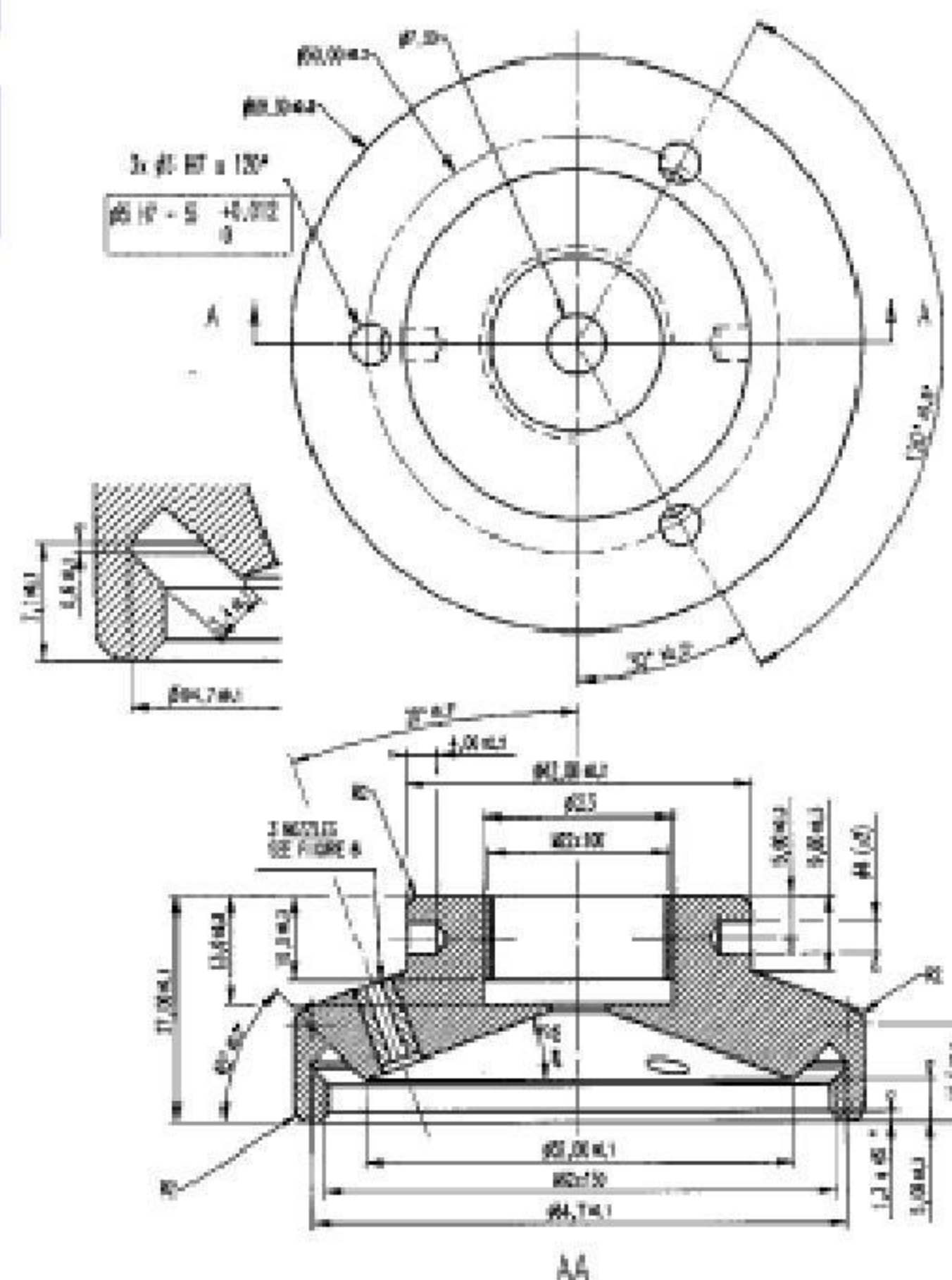
**Gambar 1 – Blok Pemanas**  
**Fig. 1 – Heating block**





**CATATAN** – Semua dimensi dalam milimeter.  
**NOTE** – All dimensions in millimetres.

**Gambar 2 – Cawan**  
**Fig. 2 – Crucible**



**CATATAN** – Semua dimensi dalam milimeter.  
**NOTE** – All dimensions in millimetres.

**Gambar 3 – Penutup**  
**Fig. 3 – Cover**



9.4 Pasang semua alat lainnya kecuali cawan seperti pada Gambar 5.

9.4 Assemble the remaining apparatus, less the crucible, as shown in Fig. 5.

9.5 Letakkan cawan kosong pada blok pemanas, dengan memberi pengaman di bawah kepala ulir untuk menahan daya apung *Woods metal*. Ketinggian logam yang melebur harus sedemikian rupa sehingga jejaknya dapat dilihat pada sisi cawan dan di bagian atas blok pemanas.

9.5 Place an empty crucible in the heating block, securing the flange under the screw heads against the buoyancy of the Woods metal. The level of the molten metal should be such that a trace of it can be seen at the flange of the crucible and the top of the heating block.

9.6 Cek bahwa pembacaan dapat diperoleh pada skala manometer, atau alat ukur lainnya dengan menghubungkan cawan ke rangkaian peralatan. Harus diperoleh pembacaan  $(20,0 \pm 0,2)$  mm.

9.6 Check that the readings can be obtained on the manometer scale, or other measuring device, by connecting the crucible to the assembled apparatus. A reading of  $(20,0 \pm 0,2)$  mm shall be obtained.

9.7 Lepaskan dan pindahkan cawan dari rangkaian peralatan.

9.7 Disconnect and remove the crucible from the assembled apparatus.

9.8 Matikan pompa dan blok pemanas, dan angkat cawan dan termometernya dari *Woods metal* yang melebur. Dengan menggunakan kuas, kembalikan *Woods metal* yang menempel di cawan ke blok pemanas.

9.8 Switch off the pump and the heating block and raise the crucible and the thermometers from the molten Woods metal. Using the brush, return any Woods metal clinging to the crucible to the heating block.

9.9 Bersihkan gelas Y dan pipa gelas untuk mencegah kondensat.

9.9 Clean the Y-piece and glass tubing to prevent a build up of condensate.

## 10 Verifikasi

## 10 Verification

10.1 Hidupkan pompa dan blok pemanas, dan pastikan bahwa peralatan sudah dipasang, kecuali cawan seperti pada Gambar 5.

10.1 Switch on the pump and the heating block and ensure that the apparatus is assembled, minus the crucible, as shown in Fig. 5.

10.2 Cek bahwa cawan dan tutupnya bebas dari *lacquer*.

10.2 Check that the crucible and cover are free from lacquer.

10.2.1 Setelah melakukan setiap pengujian, bersihkan cawan dan tutupnya dengan pelarut dan biarkan mengering. *Lacquer* yang mengeras dapat dibersihkan dengan amplas jenis *glass beader* dengan tekanan.

10.2.1 After every test, clean the crucible and cover with solvent and allow to dry. Stubborn lacquer can be cleaned by abrasion from a glass beader under pressure.

10.3 Lewatkan *reamer* pada tiap nosel pada tutup untuk memastikan tidak ada penyumbatan (**Peringatan** — Penggunaan *reamer* dengan diameter lebih dari 2 mm dapat memperlebar nosel. Hal ini dapat memperbesar kehilangan karena aliran udara meningkat).

10.3 Pass the reamer through each of the three nozzles in the cover to ensure that they are clear. (**Warning**—Using a reamer with a diameter larger than 2 mm can enlarge the nozzles. This can lead to higher losses because of increased air flow.)



10.4 Lewatkan *ball bearing* melalui pipa ekstraksi untuk memastikan sudah bersih dari kotoran.

10.5 Timbang cawan kosong tanpa tutup sampai mendekati ketelitian 0,01 g.

10.6 Timbang ke dalam cawan minyak acuan sebanyak  $(65,0 \pm 0,1)$  g.

10.7 Putar tutupnya menggunakan klem dan pengencang.

10.8 Pastikan temperatur blok pemanas pada  $250 \pm 0,5$  °C. Letakkan cawan di dalam lubang pada blok pemanas, dengan memberi pengaman di bawah kepala ulir untuk menahan daya apung *Woods Metal*. Atur kontrol blok pemanas untuk menyesuaikan kapasitas panas cawan. Segera (kurang dari 5 detik), hubungkan pipa ekstraksi cawan ke lengan gelas Y, dengan *butt joint*. Pada saat yang sama, hidupkan pompa dan stopwatch dan atur katup pembuang agar memberikan tekanan sebesar  $20 \pm 0,2$  mm.

**CATATAN 4** Ketika cawan berada pada posisi pengujian, seluruh sisinya harus sama rata dengan bagian atas blok pemanas. Setiap tonjolan sisi cawan di atas blok pemanas dapat menimbulkan kerak *Woods metal* di bagian bawah lubang blok pemanas. Lubang blok pemanas dan termometer harus dibersihkan dan *Woods metal* diganti secara teratur untuk mencegah penumpukan kerak. *Woods metal* yang teroksidasi akan mempengaruhi transfer panas ke cawan dan karena itu dapat mengganggu hasil yang diperoleh.

10.9 Atur kontrol blok pemanas untuk menjaga temperatur blok sekitar 5 °C di bawah temperatur uji. Atur kembali kontrol temperatur sehingga temperatur uji dapat dicapai dalam waktu 3 menit setelah pengujian dimulai.

**CATATAN 5** Temperatur dan tekanan akan dikontrol secara otomatis apabila menggunakan peralatan otomatis.

10.4 Run the ball bearing through the extraction tube to ensure that it is clear of dirt.

10.5 Weigh the empty crucible without its cover to the nearest 0,01 g.

10.6 Weigh into the crucible  $(65,0 \pm 0,1)$  g of the Reference Oil.

10.7 Screw on the cover using the clamp and spanner.

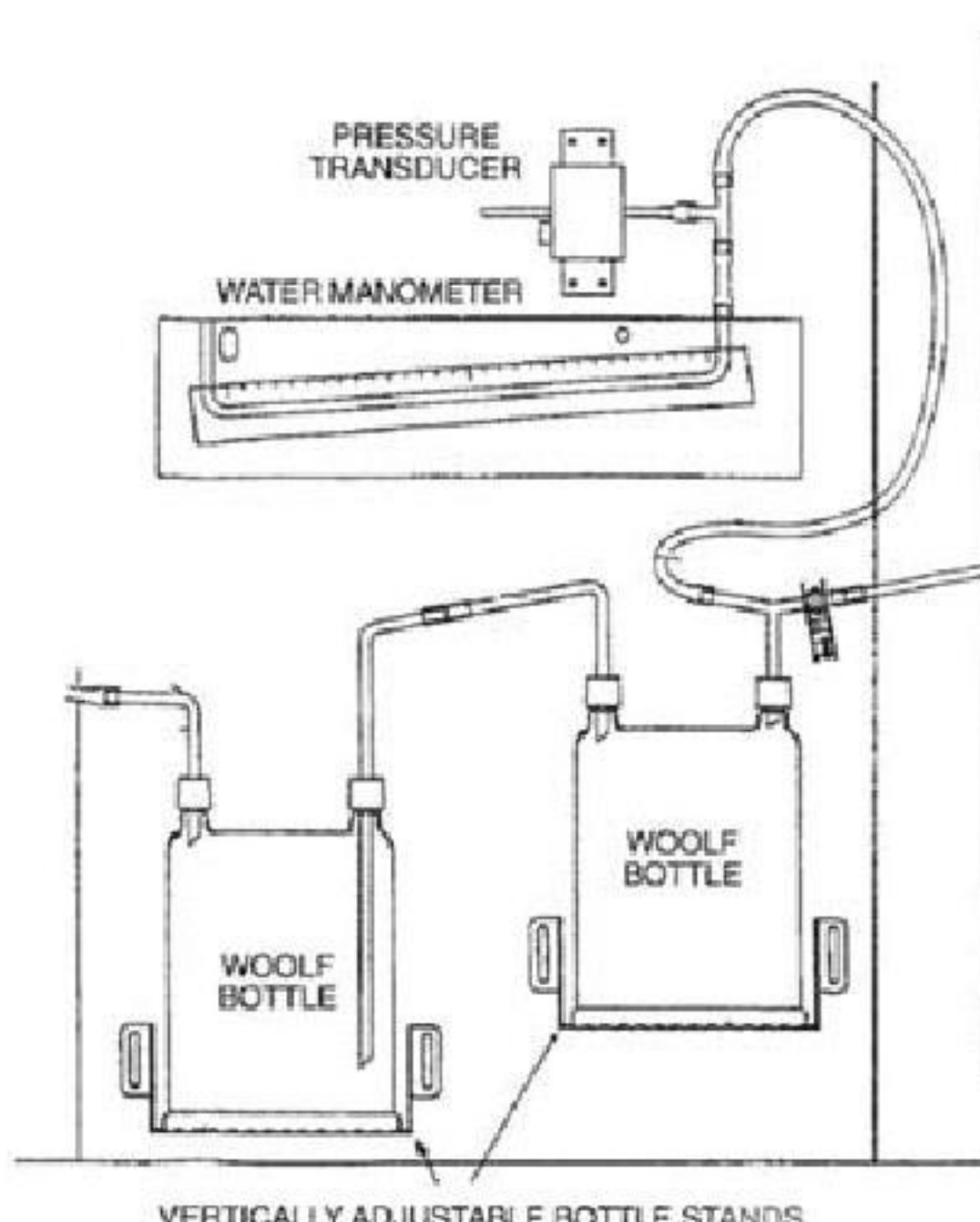
10.8 Ensure the temperature of the heating block is at  $250 \pm 0,5$  °C. Place the crucible in its recess in the heating block, securing the flange under the screw heads against the buoyancy of the Woods metal. Switch the control of the heating block to compensate for the heat capacity of the crucible. Immediately (in less than 5 s), connect the extraction tube of the crucible to the arm of the glass Y-piece, making a butt joint. Simultaneously, start the pump and the stopwatch and adjust the bleed valve to give a pressure differential of  $20 \pm 0,2$  mm.

**NOTE 4** When the crucible is in the test position, its flange should be flush with the top of the heating block. Any protrusion of the crucible flange above the heating block may suggest a buildup of Woods metal slag at the bottom of the heating block recess. The heating block and the thermometer recesses should be cleaned and the Woods metal replaced on a regular basis to avoid the accumulation of slag. Oxidized Woods metal will affect the heat transfer to the crucible and hence may have a deleterious effect on the results obtained.

10.9 Adjust the control on the heating block to maintain the block temperature approximately 5 °C below the test temperature. Readjust the temperature control so that the test temperature is reestablished within 3 min of the start of the test.

**NOTE 5** Temperature and pressure will be controlled automatically when automated equipment is used.





**Gambar 4 - Peralatan gelas**  
**Fig. 4 - Glassware**

10.10 Pada awal pengujian, perlu perhatian khusus untuk mempertahankan tekanan yang benar. Sesudah tekanan stabil, biasanya dalam waktu 10 hingga 15 menit, periksa secara teratur temperatur serta perbedaan tekanan agar tetap konstan selama masa pengujian.

10.11 Setelah 60 menit  $\pm$  5 detik, angkat cawan dari blok pemanas, bersihkan jika ada serpihan logam, dan letakan cawan di dalam penangas air hangat hingga kedalaman paling sedikit 30 mm. Waktu antara akhir pengujian hingga perendaman cawan tidak boleh lebih dari 60 detik.

10.12 Setelah 30 menit, keluarkan cawan dari air, keringkan bagian luarnya dan buka tutupnya hati-hati.

10.13 Timbang kembali cawan tanpa tutup sampai 0,01 g terdekat.

10.14 Hitung kehilangan penguapan minyak acuan sampai 0,1% massa (M/M) terdekat.

10.15 Bandingkan hasil yang diperoleh dengan nilai yang diberikan untuk minyak acuan. Jika hasilnya tidak lebih 6% dari nilai, ulangi prosedur mulai dari subpasal 11.1 menggunakan sampel uji.

10.16 Jika hasilnya lebih dari 6% dibanding nilai yang diberikan, cek bahwa peralatan sesuai dengan Gambar 5, dan bahwa prosedur sudah diikuti. Periksa kalibrasi

10.10 At the start of the test, constant attention shall be paid to maintaining the correct pressure. Once this becomes steady, usually within 10 to 15 min, check periodically that the temperature and pressure differential remain constant throughout the period of the test.

10.11 After 60 min  $\pm$  5 s, lift the crucible from the heating block, remove any adhering alloy, and place the crucible in a warm water bath to a depth of at least 30 mm. The time period from the end of the test to immersion of the crucible shall not exceed 60 s.

10.12 After 30 min, remove the crucible from the water, dry the outside, and carefully remove the lid.

10.13 Reweigh the crucible without the lid to the nearest 0,01 g.

10.14 Calculate to the nearest 0,1 % mass/mass (M/M) the evaporation loss of the reference oil.

10.15 Compare the result obtained against the given value for the reference oil. If the result is within 6% of the value, repeat the procedure from 11.1, using the test sample.

10.16 If the result is not within 6% of the given value, check that the apparatus complies with that shown in Fig. 5, and that the procedure has been adhered to. Check



termometer dan peralatan sensor tekanan.

the calibration of the thermometer and pressure sensing device.

10.17 Periksa kembali kehilangan penguapan dari minyak acuan.

10.17 Re-check the evaporation loss of the reference oil.

**CATATAN 6** Tidak boleh terjadi kondensasi pada botol 2-L. Hal ini harus dibersihkan dengan pelarut sebelum terkumpul kondensat setinggi 1 cm.

**NOTE 6** Condensate should not be allowed to build up in the 2-L glass bottles. These should be washed out with solvent before a maximum 1 cm of condensate collects.

**CATATAN 7** Peralatan harus diperiksa setiap sekitar 10 kali pengujian apabila pengujian sering dilakukan. Jika pengujian tidak sering dilakukan, peralatan harus diperiksa sebelum sampel pertama dijalankan.

**NOTE 7** The equipment should be referenced approximately every ten tests if the test is used frequently. If the testing is infrequent, the equipment should be referenced before the first sample is run.

## 11 Prosedur

## 11 Procedure

11.1 Timbang sampel ke dalam cawan, yang sudah diketahui beratnya, sebanyak  $(65 \pm 0,1)$  g, dengan presisi 0,01 g.

11.1 Weigh into a tarred crucible  $(65 \pm 0,1)$  g representative of the test sample to a precision of 0,01 g.

**CATATAN 8** Sampel sesuai dengan Prosedur D4057 atau Prosedur D4177.

**NOTE 8** Sample in accordance with Practice D4057 or Practice D4177.

11.2 Lanjutkan ke subpasal 10.7 sampai 10.12.

11.2 Proceed as described in 10.7 to 10.12.

11.3 Hitung kehilangan penguapan sampel sampai mendekati ketelitian 0,1% M/M.

11.3 Calculate to the nearest 0,1 % M/M the evaporation loss of the sample.

## 12 Perhitungan dan hasil

## 12 Calculations and results

12.1 Kehilangan akibat penguapan diperoleh dari selisih berat sebelum dan sesudah 1 jam pada temperatur 250 °C.

12.1 Evaporation loss is obtained from the difference in weight before and after 1 h at 250 °C.

$$\text{Evaporation loss} = \frac{(B - A) - (C - A)}{B - A} \times 100 \quad (1)$$

Keterangan:

A = berat kosong cawan,  
B = berat cawan ditambah sampel, dan  
C = berat cawan ditambah sampel setelah 1 jam pemanasan.

where:

A = empty crucible weight,  
B = crucible plus sample weight, and  
C = crucible plus sample after 1 h of heating.

## 13 Pelaporan

## 13 Report

13.1 Laporkan informasi berikut ini :

13.1 Report the following information:

13.1.1 Kehilangan akibat penguapan mendekati ketelitian 0,1% M/M (Metode uji D5800).

13.1.1 The nearest 0,1% M/M as evaporation loss (Test Method D5800).



## 14 Presisi dan bias<sup>5</sup>

14.1 Round Robin antar laboratorium menggunakan peralatan manual, semi otomatis dan otomatis. Nilai presisi dihitung berdasarkan penelitian statistik atas hasil uji antar laboratorium sebagai berikut :

14.1.1 *Repeatability* — Pengukuran kuantitatif presisi dikaitkan dengan hasil tunggal yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama di laboratorium yang sama, dalam kurun waktu pendek. Pada pengoperasian metode uji yang normal dan benar, yang melebihi nilai berikut ini hanya satu dari dua puluh kasus.

$$\text{Repeatability} = 5,8 \% \times \text{average M/M evaporation loss} \quad (2)$$

14.1.2 *Reproducibility* — Pengukuran kuantitatif presisi dengan hasil tunggal yang diperoleh dari laboratorium yang berbeda dengan bahan uji yang sama. Pada pengoperasian metode uji yang normal dan benar, yang melebihi nilai berikut ini hanya satu dari dua puluh kasus.

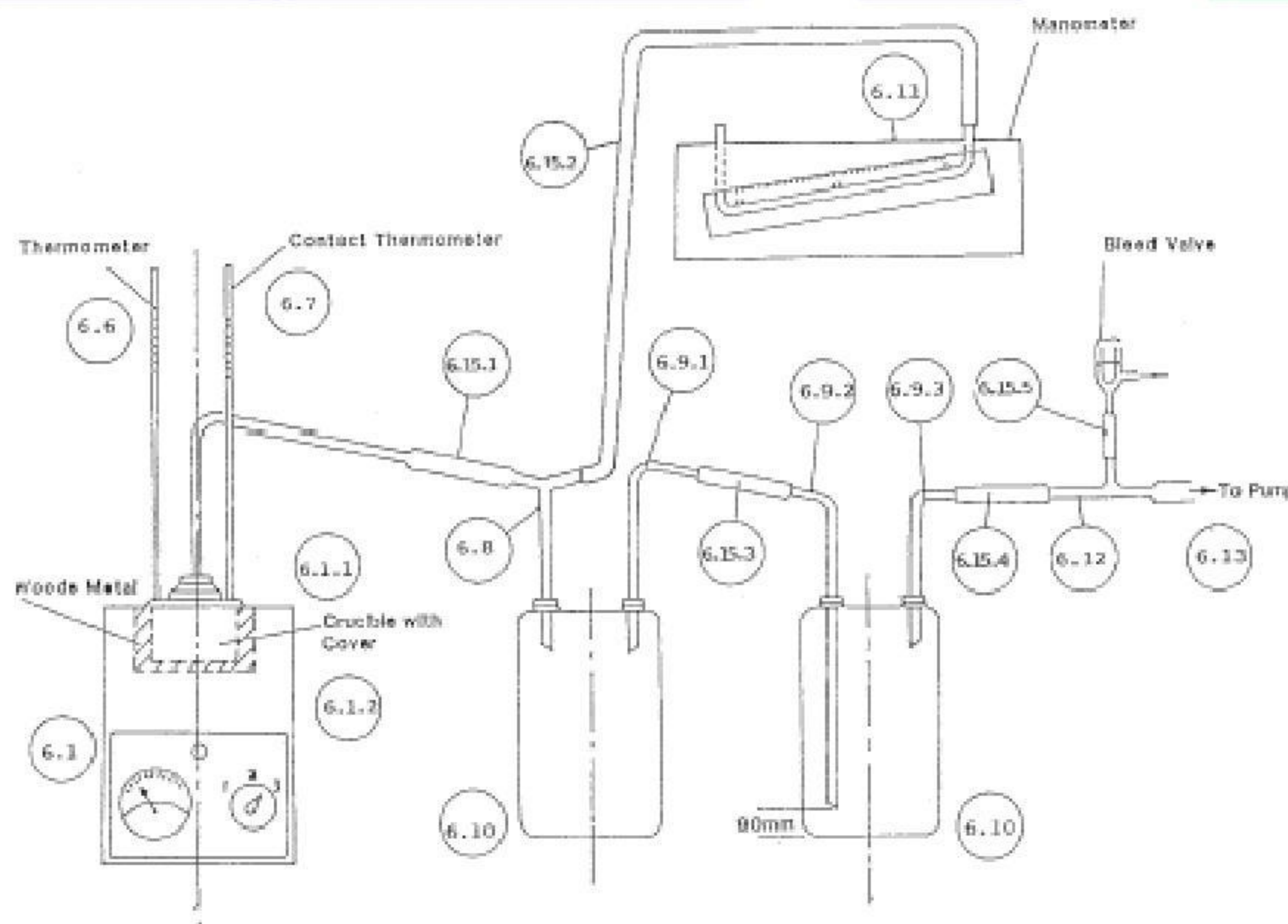
$$\text{Reproducibility} = 18,3 \% \times \text{average M/M evaporation loss} \quad (3)$$

## 14 Precision and bias<sup>5</sup>

14.1 The interlaboratory round robin used manual, semiautomated, and automated equipment. The precision values were calculated on the statistical examinations of interlaboratory test results as follows.

14.1.1 *Repeatability*—A quantitative measurement of precision associated with single results obtained by the same operator with the same equipment in the same laboratory within a short interval of time. In the normal and correct operation of the test method, the following values were exceeded in only one case in twenty.

14.1.2 *Reproducibility* — A quantitative measure of precision with single results obtained in different laboratories on identical test material. In the normal and correct operation of the test, the following values were exceeded in only one case in twenty.



**Fig. 5 - Test Apparatus**  
**Gambar 5 - Peralatan uji**

<sup>5</sup> Data pendukung telah dicatat di Kantor Pusat ASTM International, dan bisa diperoleh dengan memesan Laporan Penelitian RR: D02-1462.

<sup>5</sup> Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: D02-1462.



14.2 Prosedur pada metode uji ini tidak memiliki bias karena nilai volatilitas didefinisikan hanya dalam istilah metode uji ini.

14.2 The procedure in this test method has no bias because the value of the volatility is defined only in terms of this test method.

## Prosedur B — Peralatan *Non-Woods metal*

## Procedure B — Non-Woods Metal apparatus

### 15 Pengantar

15.1 Prosedur berikut ini menjelaskan metode uji otomatis yang menggunakan prinsip dan cawan yang sama seperti Prosedur A. Hanya transfer panas ke sampel yang berbeda. Disini tidak menggunakan logam campuran Woods, dan temperatur sampel dipantau secara langsung.

### 15 Introduction

15.1 The following procedure describes an automated test method that uses the same principle, and the same crucible as Procedure A. Only the heat transfer to the sample is different. It does not use Woods alloy, and the sample temperature is directly monitored.

### 16 Peralatan

16.1 Alat uji penguapan Noack (lihat Gambar 6), terdiri atas:

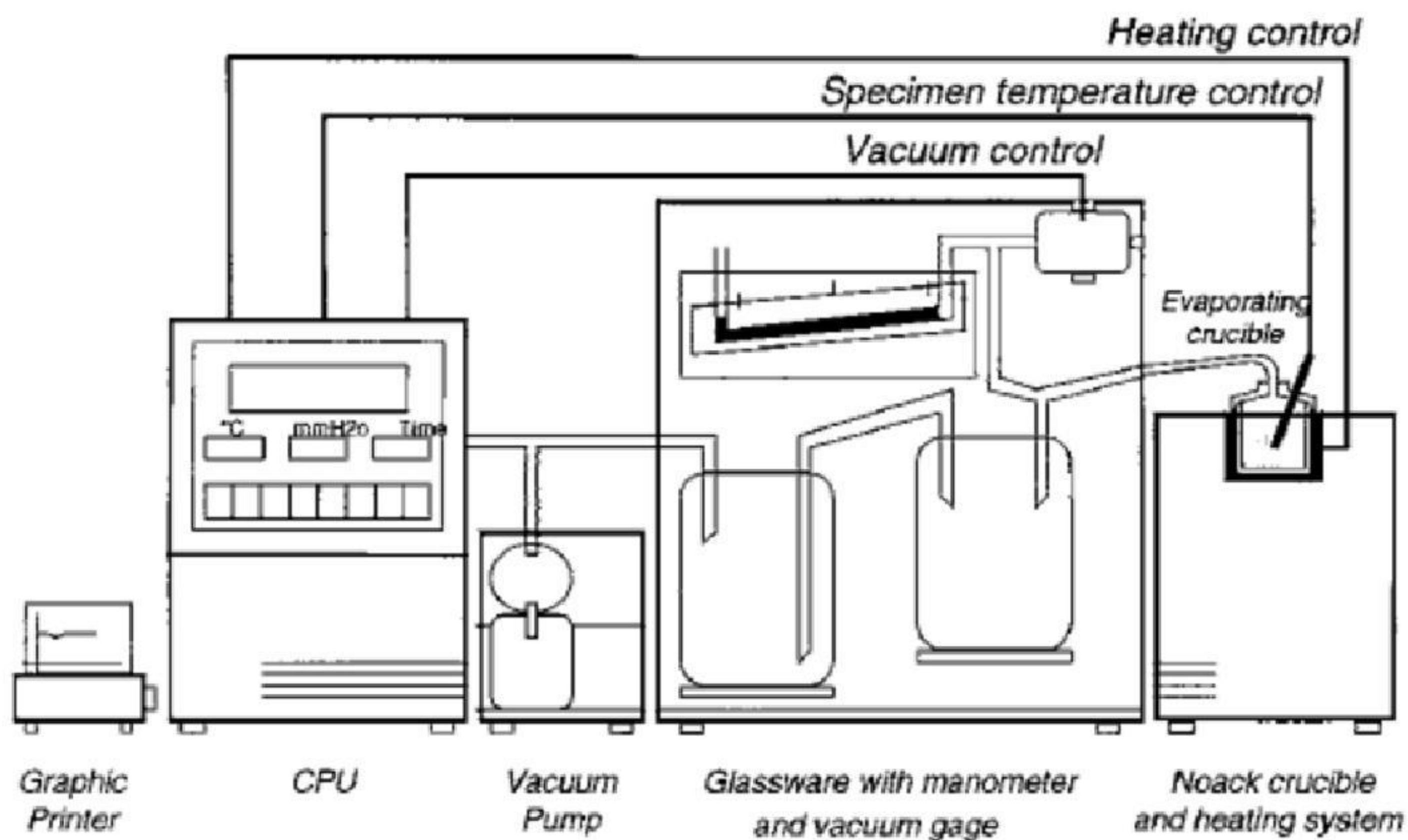
16.1.1 Unit blok pemanas, dipanaskan dengan pemanas listrik di bagian alas dan selubung, sehingga konsumsi daya listrik total cukup untuk memastikan profil temperatur spesimen sama dengan yang terekam di dalam spesimen tersebut ketika dipanasi dengan blok pemanas *Woods metal*. Di titik pusat blok pemanas, terdapat sebuah lubang sirkular untuk memasukkan cawan penguapan. Pemanas selubung digunakan untuk memastikan kontak langsung dengan cawan. Suatu mekanisme diberikan untuk membuka tutup guna memasukkan cawan. Dua buah penahan pada blok mencegah cawan agar tidak naik ke atas dan pemanas di bagian bawah ditahan dengan pegas untuk memastikan terjadi kontak langsung dengan cawan .

### 16 Apparatus

16.1 Noack evaporative tester (see Fig. 6), comprising the following:

16.1.1 Heating block unit, electrically heated by base and jacket heaters, having a total power consumption sufficient to ensure a specimen temperature profile similar to the one recorded in the specimen when heated with the Woods metal heater block. In the center of the heating block, there is a circular recess to insert the evaporative crucible. The jacket heater is configured to ensure a direct contact with the crucible. A mechanism is provided to open the jaws for crucible insertion. Two catches on the block prevent the crucible from rising, and the base heater is spring loaded to ensure a direct contact with the crucible





**Gambar 6 - Peralatan penguapan otomatis non-Woods Metal dari Noack**  
**Fig. 6 - Automated Non-Woods Metal Noack evaporative apparatus**

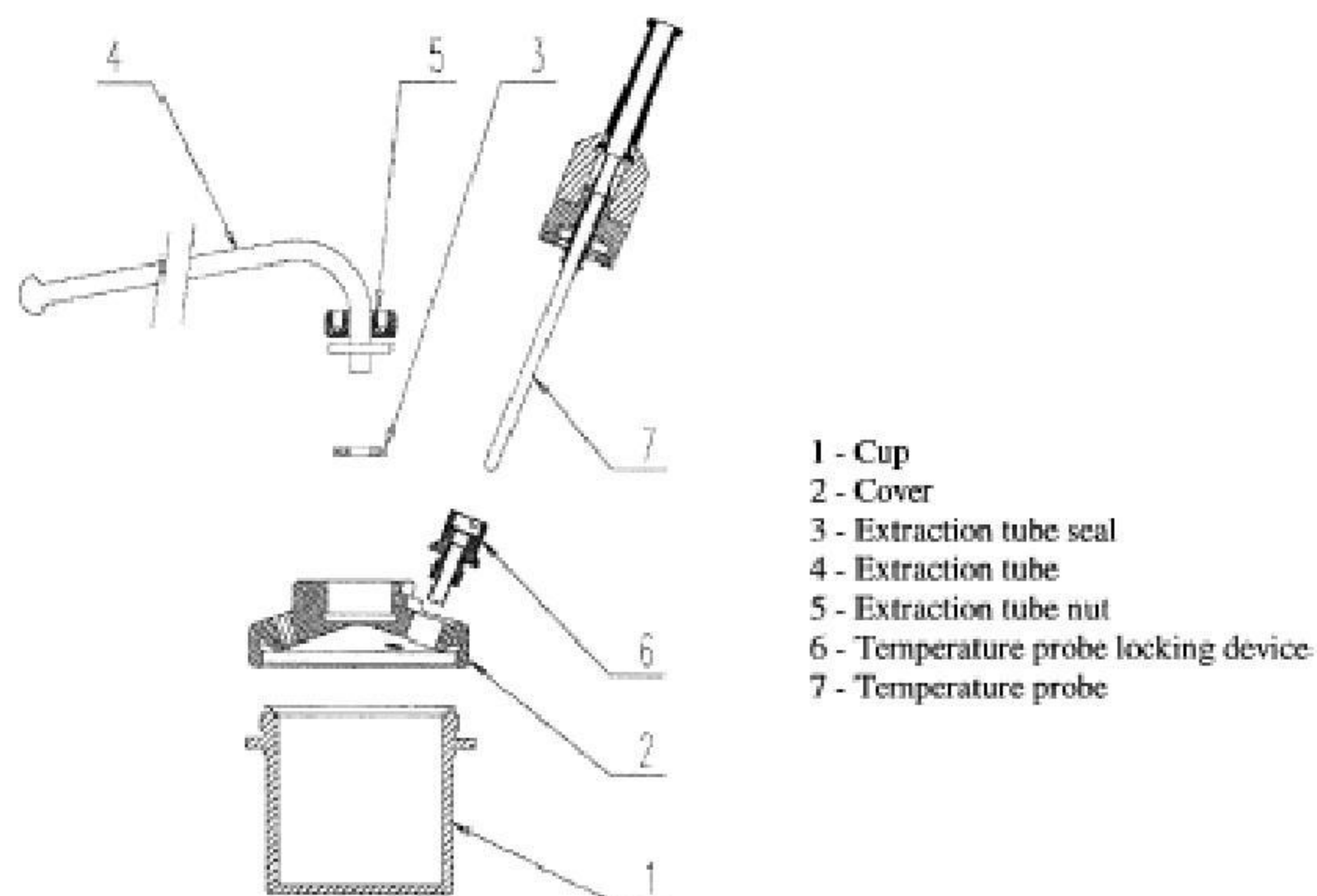
16.1.2 *Cawan penguapan*, dengan tutup berulir (lihat Gambar 7). Cawan terbuat dari bahan *stainless steel* (lihat Gambar 8). Di atas cincin penyangga terdapat ulir untuk tutup. Tutup yang terbuat dari kuningan berlapis nikel (lihat Gambar 9) dilekatkan hingga kedap udara ke cawan tersebut dengan permukaan perekat berbentuk kerucut. Tiga buah nosel terbuat dari *hardened steel* (lihat Gambar 10) memungkinkan aliran udara melewati tutup. Pipa ekstraksi (lihat Gambar 11 dan 12), yang miring ke bawah, melintas dari penghubung yang diberi alur dan direkat di bagian tengah tutup.

16.1.3 *Probe temperatur* — peralatan untuk mengukur spesimen temperatur harus mempunyai akurasi hingga  $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  atau lebih baik, dan resolusi sebesar  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$  atau lebih baik. *Probe* dilengkapi dengan sertifikat kalibrasi sebesar  $250,0\text{ }^{\circ}\text{C}$  dengan presisi  $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . diameternya adalah 4 mm dan posisinya ditunjukkan pada Gambar 8.

16.1.2 Evaporative crucible, with screw cover (see Fig. 7). The crucible is made of stainless steel (see Fig. 8). Above the support ring is the thread for the cover. The nickel-plated brass cover (see Fig. 9) is hermetically sealed to the crucible by an internal conical sealing surface. Three nozzles of hardened steel (see Fig. 10) permit the air stream to pass through the cover. The extraction tube (see Figs. 11 and 12), which slopes downward, leads from a threaded and sealed connection in the center of the cover.

16.1.3 Temperature Probe—The specimen temperature measuring device shall have an accuracy of  $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , or better, and a resolution of  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ , or better. The probe is provided with a calibration certificate of  $250,0\text{ }^{\circ}\text{C}$  with a precision of  $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Its diameter is 4 mm, and its position is as indicated in Fig. 8.





**Gambar 7 -Cawan dengan *probe* temperatur**  
**Fig. 7 - Crucible with Temperature Probe**

Alat ini harus dikalibrasi dengan prosedur yang benar pada selang waktu yang sesuai (minimum 1 kali dalam setahun).

It should be calibrated with appropriate procedure at appropriate frequency (minimum once a year).

16.2 Timbangan, mampu menimbang paling sedikit 500 g dengan ketelitian 0,01 g.

16.2 Balance, capable of weighing at least 500 g to the nearest 0,01 g.

16.3 Klem dan pengencang media penguapan

16.3 Crucible clamp and spanner.

16.4 *Reamer*, diameter 2 mm

16.4 *Reamer*, 2-mm diameter.

16.5 *Ball Bearing*, diameter 3 sampai 5 mm

16.5 *Ball Bearing*, 3 to 5-mm diameter.

16.6 Rakitan peralatan kaca, persis sama dengan penjelasan pada Subpasal 6.6 – 6.12, dan 6.15 Prosedur A.

16.6 Glassware assembly, strictly identical to the description in 6.6-6.12 and 6.15 of Procedure A.

16.7 Pompa vakum.

16.7 Vacuum pump.

16.8 Central Processing Unit (CPU), mampu mengendalikan temperatur sampel, vakum, waktu, pemanasan, dan pencetakan. sampel dipanasi hingga  $(245,2 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  dengan profil temperatur direkam pada spesimen tersebut ketika dilakukan pengujian peralatan Woods metal (1 jam pada temperatur  $250 ^\circ\text{C}$ ) dengan kompensasi waktu pengujian otomatis. Kompensasi ini digunakan karena suatu pengujian mungkin dimulai dengan blok pemanas bertemperatur kamar atau bertemperatur panas ketika beberapa pengujian dilaksanakan tanpa tahap pendinginan. CPU secara otomatis

16.8 Central Processing Unit (CPU), capable of controlling the specimen temperature, the vacuum, the time, the heating, and the printing. The specimen is heated to  $(245,2 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  with the temperature profile recorded in the specimen when tested with a Woods metal apparatus (1 h at  $250 ^\circ\text{C}$ ) with automatic test duration compensation. The automatic test duration compensation is used because a test may be started with a heating block at room temperature or at hot temperature when several tests are carried without cooling phase. The CPU automatically adjusts the pressure differential of  $20 \pm 0,2$



akan menyesuaikan perbedaan tekanan sebesar  $20 \pm 0,2$  mm. Keadaan ini dapat diperiksa melalui laporan tercetak.

16.9 Printer, untuk mencetak grafik temperatur sampel dan ruang hampa udara yang tercatat selama masa pengujian.

## 17 Pereaksi dan bahan

17.1 Larutan pembersih — suatu campuran nafta dan toluena dianjurkan untuk membersihkan cawan. (**Peringatan** — mudah menyala, uap berbahaya) apabila diperlukan dapat direndam sepanjang malam.

17.2 Fluida acuan Noack — minyak yang mengalami kehilangan akibat penguapan dimana nilainya telah ditentukan oleh pabrikan.

17.3 Sarung tangan isolator panas

17.4 Kertas pengering

## 18 Bahaya

18.1 Pencegahan bahaya — diasumsikan bahwa setiap orang yang menggunakan metode uji ini sudah terlatih dan mengenal semua praktek normal di laboratorium, atau dengan pengawasan langsung dari orang dengan klasifikasi tersebut. Merupakan tanggung jawab operator untuk memastikan bahwa semua persyaratan hukum dan undang-undang setempat dipenuhi.

**CATATAN 9** Telah dilaporkan selama pengujian minyak dengan Noack tinggi menggunakan beberapa model bahwa sensor termokopel tidak lagi tercelup karena penguapannya tinggi. Meskipun alat akan memberikan alarm bila fluktuasi suhu lebih besar daripada yang diperbolehkan dalam metode uji, namun pemanas tidak akan mati. Jika alarm tidak diperhatikan, minyak semakin panas mendekati titik nyala, dan satu laboratorium telah melaporkan sampel menyala ketika sensor dikeluarkan pada akhir tes. Oleh karena itu, disarankan untuk menghubungi produsen alat untuk memperbaiki kerusakan yang mungkin terjadi.

mm. These conditions can be checked with the printed report.

16.9 Printer, to print the graphs of the specimen temperature and the vacuum recorded during the test.

## 17 Reagents and materials

17.1 Cleaning solvent—A mixture of naphtha and toluene is recommended for cleaning the crucible. (**Warning**—Flammable, vapor harmful.) Overnight soaking may be necessary.

17.2 Noack reference fluid—Oil having a known evaporative loss, the value of which is provided by the manufacturer.

17.3 Insulated gloves.

17.4 Drying paper.

## 18 Hazards

18.1 Safety hazards—It is assumed that anyone using this test method will either be fully trained and familiar with all normal laboratory practices, or will be under the direct supervision of such a person. It is the responsibility of the operator to ensure that all local legislative and statutory requirements are met.

**NOTE 9** It has been reported during testing high Noack oils using some models that the thermocouple probe can become exposed when evaporation loss is high. While the instrument will alarm to indicate that the temperature fluctuation is greater than allowed in the test method, the heater will not shut off. If not noticed, the oil can continue to heat to close to its flash point, and one laboratory has reported the sample to flash when the probe was removed at the end of the test. Hence, it is suggested to contact the instrument manufacturer to remedy possible malfunction.



18.2 (**Peringatan** — meskipun metode uji meminta ruangan yang bebas dari aliran udara, emisi dari minyak yang menguap harus diberi ventilasi ke udara luar. (Waspadalah terhadap kemungkinan kebakaran atau ledakan). (Lihat Catatan 3.)

18.3 Cara alternatif untuk mencegah aliran udara yang dijelaskan dalam Lampiran X3 tidak digunakan dalam pengembangan pernyataan presisi metode uji.

## 19 Persiapan alat

19.1 Standar perakitan alat-alat ditunjukkan dalam Gambar 6. Untuk menghindari gangguan terhadap kesetimbangan panas, peralatan harus dirakit di area bebas aliran udara dan sesuai dengan dimensi dan peralatan seperti pada Gambar 6 (lihat subpasal 18.2)

19.2 Siapkan peralatan otomatis untuk operasi sesuai dengan ketentuan kalibrasi, pengecekan, dan pengoperasian peralatan dari pabrikan.

19.3 Bersihkan botol kaca, pipa kaca, dan gelas Y untuk mencegah timbulnya kondensat.

**CATATAN 10** Tidak boleh terjadi kondensasi pada botol 2-L. Botol ini harus dicuci dengan pelarut dan dikeringkan sebelum terkumpul kondensat maksimum sebanyak 2 cm.

## 20 Verifikasi

20.1 Hidupkan semua peralatan selama minimum 30 menit sebelum menjalankan pengujian agar dicapai temperatur yang stabil pada rangkaian alat pengukur.

20.2 Pastikan bahwa pemasangan peralatan kaca dan pompa vakum sudah dibersihkan dan semua sambungan sudah disekat.

18.2 (**Warning**—Though the test method calls for a draft free area, the exhaust fumes from the evaporating oil must be ventilated to an outside source. Precaution shall be taken to avoid any possibility of fire or explosion.) ( See Note 3.)

18.3 An alternate means for preventing draft described in Appendix X3 was not used in the development of the test method precision statement.

## 19 Preparation of apparatus

19.1 A standard assembly of the apparatus is shown in Fig. 6. To avoid disturbing the thermal equilibrium, the apparatus shall be assembled in a draft free area and shall comply with Fig. 6 dimensions and apparatus. (See 18.2.)

19.2 Prepare the automated apparatus for operation in accordance with the manufacturer's instructions for calibrating, checking, and operating the equipment.

19.3 Clean the glass bottles, the glass tubing, and the Y-piece to prevent a build up of condensate.

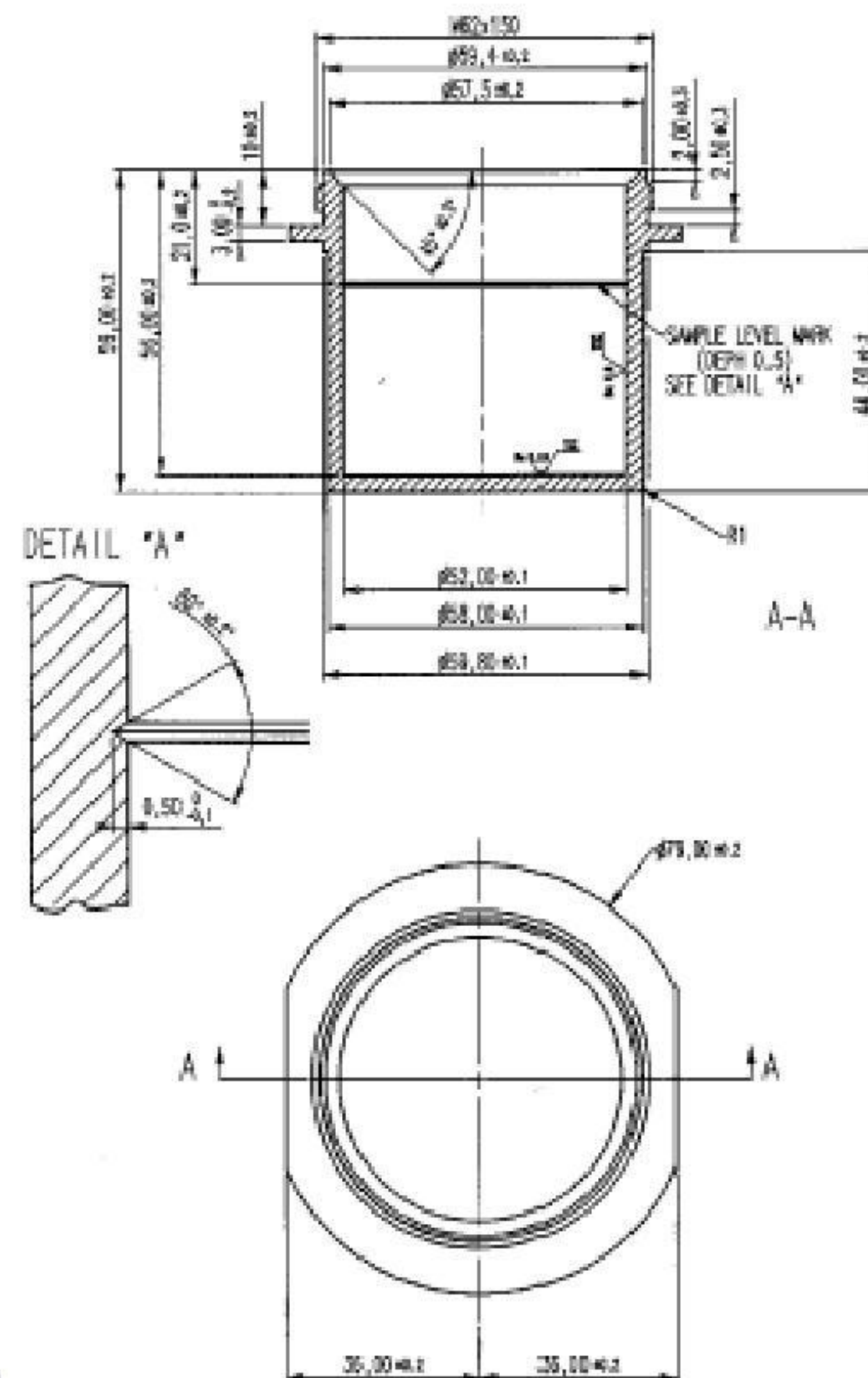
**NOTE 10** Condensate should not be allowed to build up in the 2-L glass bottles. These should be washed out with solvent and dried before a maximum 2 cm of condensate collects.

## 20 Verification

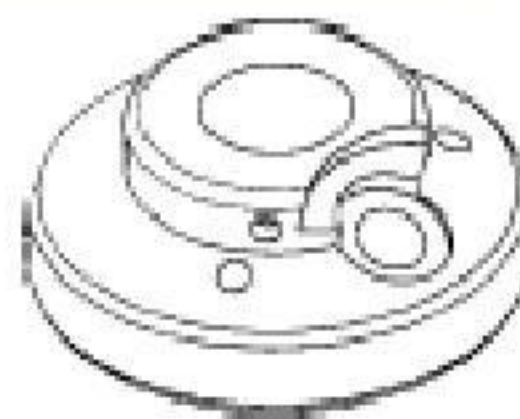
20.1 Switch the instrument on a minimum of 30 min before running the test to allow temperature stabilization of measurement circuitry.

20.2 Make sure that the glassware assembly and the vacuum pump are cleaned and all the connections are sealed.





Gambar 8 - Cawan Noack (Rincian 1 dari Gambar 7)  
Fig. 8 - Noack Cup (Detail 1 of Fig. 7)



Gambar 9 - Tutup cawan (Rincian 2 dari Gambar 7)  
Fig. 9 - Crucible cover (Detail 2 of Fig. 7)

20.3 Bersihkan dan keringkan dengan seksama semua bagian cawan uji dan kelengkapannya sebelum memulai pengujian. Pastikan bahwa media penguapan dan tutupnya bebas dari *lacquer* atau minyak. *Lacquer* yang keras harus dibersihkan dengan amplas halus dan bubuk *carborundum* menggunakan kain wool yang direndam dalam larutan pembersih atau menggunakan pembersih getar, kemudian dibilas dengan larutan pembersih.

20.3 Thoroughly clean and dry all parts of the test cup and its accessories before starting the test. Check that the crucible and cover are free from lacquer. Stubborn lacquer should be removed by light abrasion with fine carborundum powder on a pad of cotton wool soaked in solvent or with a fibrous abrasive pad, followed by a rinse with solvent.

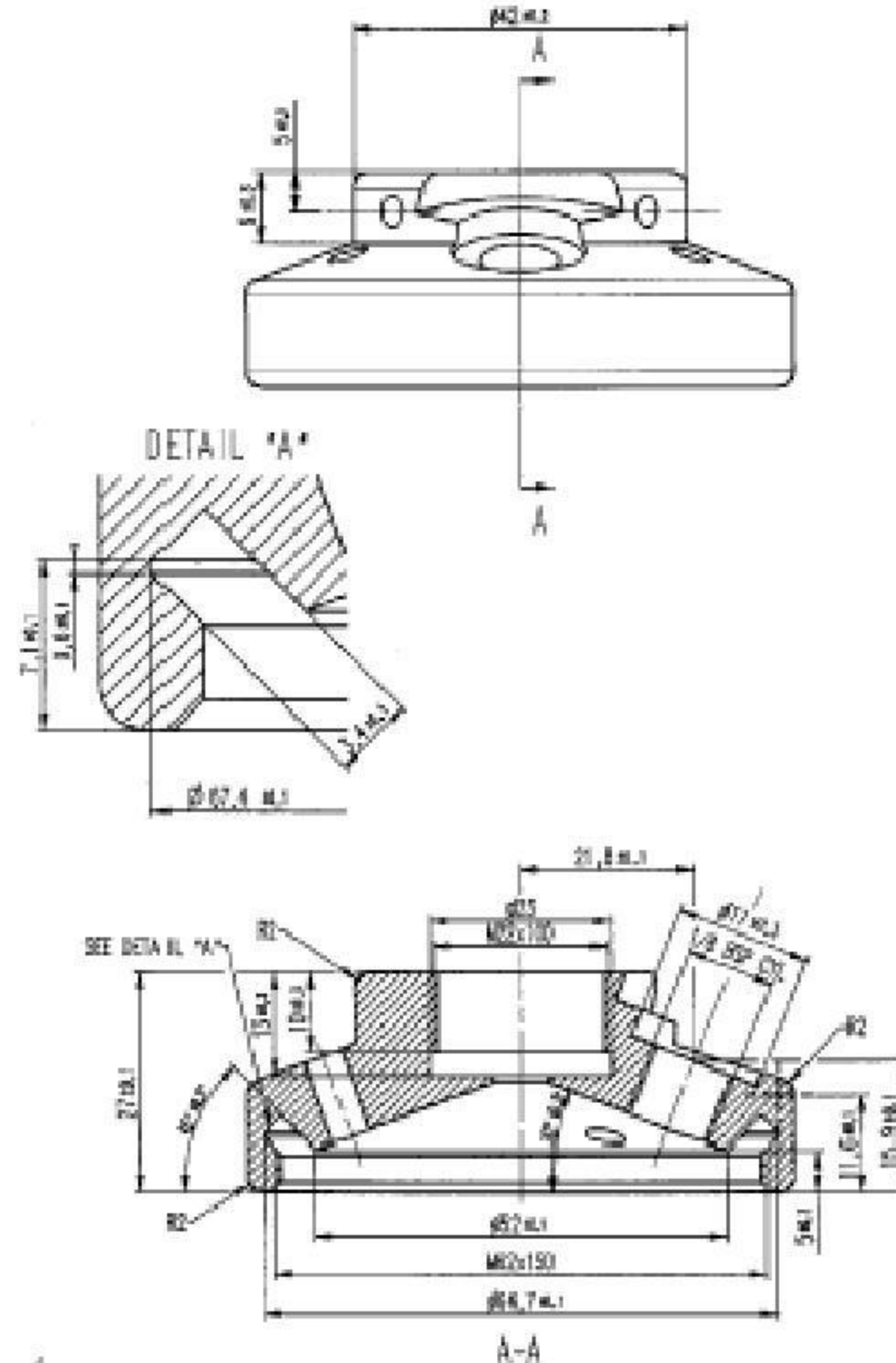
20.4 Lewatkan *reamer* pada ketiga nosel di penutup untuk memastikan tidak ada penyumbatan (**Peringatan** — Penggunaan *reamer* dengan diameter lebih dari 2 mm

20.4 Pass the reamer through each of the three nozzles in the cover to ensure that they are clear. (**Warning**—Using a reamer with a diameter larger than 2 mm can enlarge the



dapat memperlebar nosel. Hal ini dapat memperbesar kehilangan karena aliran udara meningkat).

nozzles. This can lead to a wrong losses result due to increased air flow.)



**Gambar 9 - Penutup cawan (lanjutan)**  
**Fig. 9 - Crucible cover (continued)**

20.5 Lewatkan *ball bearing* melalui pipa ekstraksi untuk memastikan sudah bersih dari pengotor.

20.5 Run the ball bearing through the extraction tube to ensure that it is clear of contaminants.

20.6 Setelah periode stabilisasi selama 30 menit, kalibrasi alat pengukur temperatur sesuai dengan ketentuan pabrik.

20.6 After the 30 min stabilization period, calibrate the temperature measuring device in accordance with the manufacturer's instructions.

20.7 Kalibrasi alat pengukur vakum sesuai dengan ketentuan pabrik.

20.7 Calibrate the vacuum measuring device in accordance with the manufacturer's instructions.

20.8 Timbang dan kosongkan cawan tanpa tutup dengan ketelitian 0,01 g.

20.8 Weigh the empty cup without its cover to the nearest 0,01 g.

20.9 Timbang ke dalam cawan sebanyak  $(65,0 \pm 0,1)$  g minyak acuan. Massa ini disebut *M1*.

20.9 Weigh into the tared crucible  $(65,0 \pm 0,1)$  g of reference fluid to a precision of 0,01 g. This mass is called *M1*.

20.10 Kencangkan penutup cawan menggunakan klem dan pengencang. Selama tahap ini pastikan bahwa sampel tidak akan terpercik ke penutup bagian dalam. Jika hal ini terjadi meskipun hanya

20.10 Screw on the cover using the clamp and the spanner. During this phase, make sure that the specimen will never splash on the inside part of the cover. If this occurs, even only one time, the test shall be



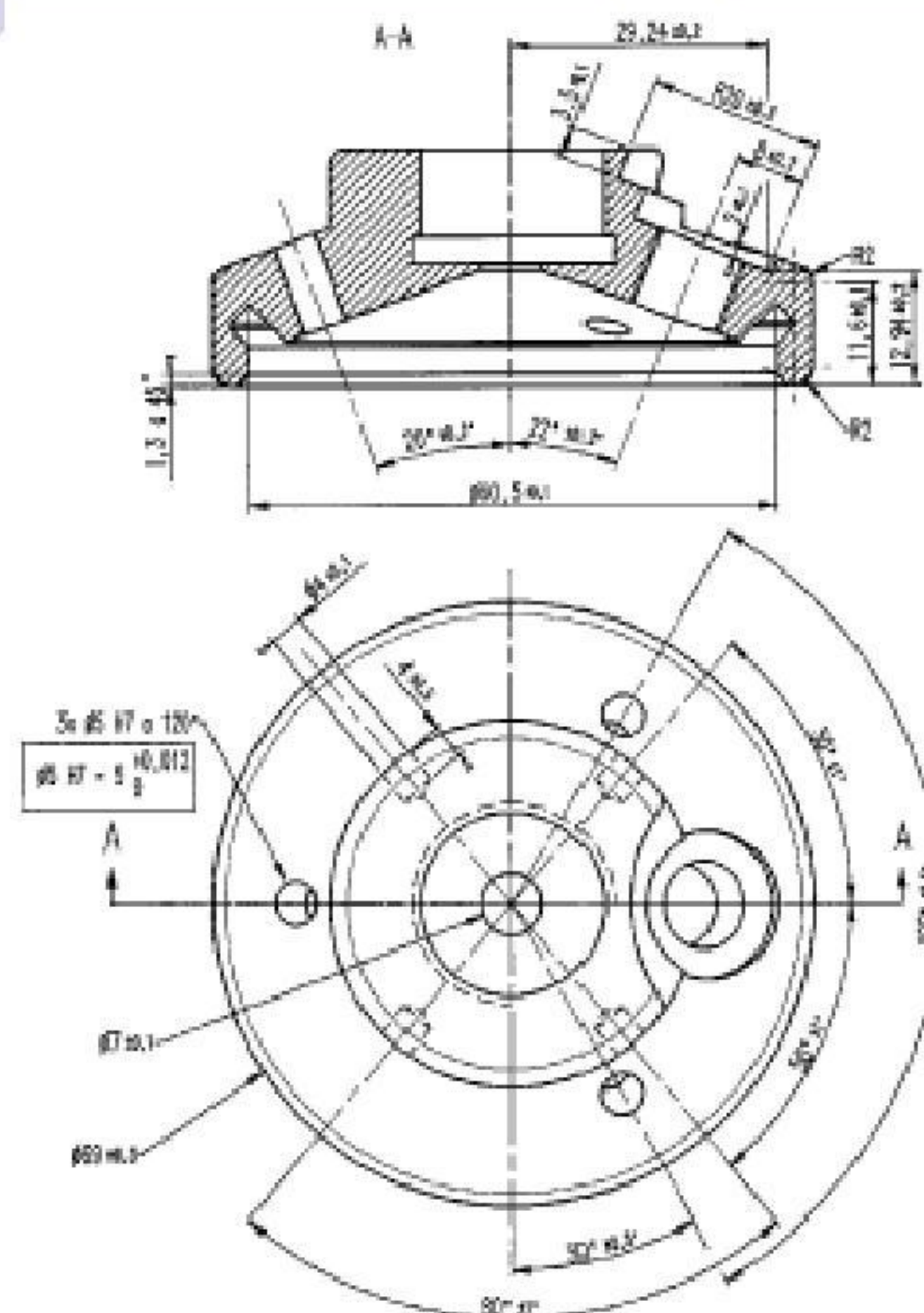
satu kali, pengujian harus diulang mulai dari Subpasal 20.3. repeated from 20.3.

20.11	Hubungkan <i>probe</i> temperatur ke alat.	20.11	Connect the specimen temperature probe to the instrument.
-------	--	-------	---

<p>20.12 Tekan tuas pengunci yang berada di bagian depan blok pemanas. Letakkan cawan di blok pemanas. Putarlah cawan dengan mengamankan sisi bawah kepala sekrup. Sesuaikan posisi terakhir pipa ekstraksi hingga berada di depan lengan gelas Y, dan lepaskan tuas pengunci.</p>	<p>20.12 Press down on the locking lever located on the front of the heating block. Place the crucible in the heating block. Rotate the crucible, securing the flange under the screw heads. Adjust the final position of the extraction tube so that it is located in front of the arm of the glass Y-piece, and release the locking lever.</p>
--	--

<p>20.13 Hubungkan pipa ekstraksi ke lengan gelas Y, dan kunci dengan klem. Pastikan bahwa pipa ekstraksi berbahan <i>stainless</i>, pipa penghubung, dan lengan pipa Y yang tepat sehingga posisinya segaris.</p>	<p>20.13 Connect the extraction tube to the arm of the glass Y-piece, and secure the connection with the clamp. Be sure that the stainless extraction tube, the male connection, and the right arm of the Y-piece are properly aligned.</p>
--	---

20.14 Mulailah pengujian dengan menekan tombol ON pada CPU. Pada konfigurasi <i>default</i> , printer dihidupkan. Jika tidak, bacalah pedoman pemakaian untuk mengaktifkan pencetakan kurva temperatur spesimen dan vakum.	20.14 Start the test by pressing the ON key of the CPU. In default configuration, the printer is activated. If not, refer to the instruction manual to activate the real time printing of the specimen temperature and the vacuum curves.
--	---



**Fig. 9 - Crucible Cover (continued)**  
**Gambar 9 - Penutup cawan (lanjutan)**



20.15 Ketika alarm berbunyi pada 3 menit di akhir pengujian, hentikan alarm dengan menekan tombol OFF. Bersiaplah di depan peralatan dan lepaskan pipa ekstraksi.

20.15 When the audible alarm signals the last 3 min of the test, stop the audible alarm by pressing on the OFF key. Stay in front of the equipment, and be prepared to disconnect the extraction tube.

20.16 Setelah 60 menit, pengujian berhenti secara otomatis dan alarm tanda pengujian selesai berbunyi. Keluarkan *probe* temperatur sampel. Lepaskan pipa ekstraksi paling lambat 15 menit. Tekan tuas pengunci. Keluarkan cawan. Hentikan alarm dengan menekan tombol OFF.

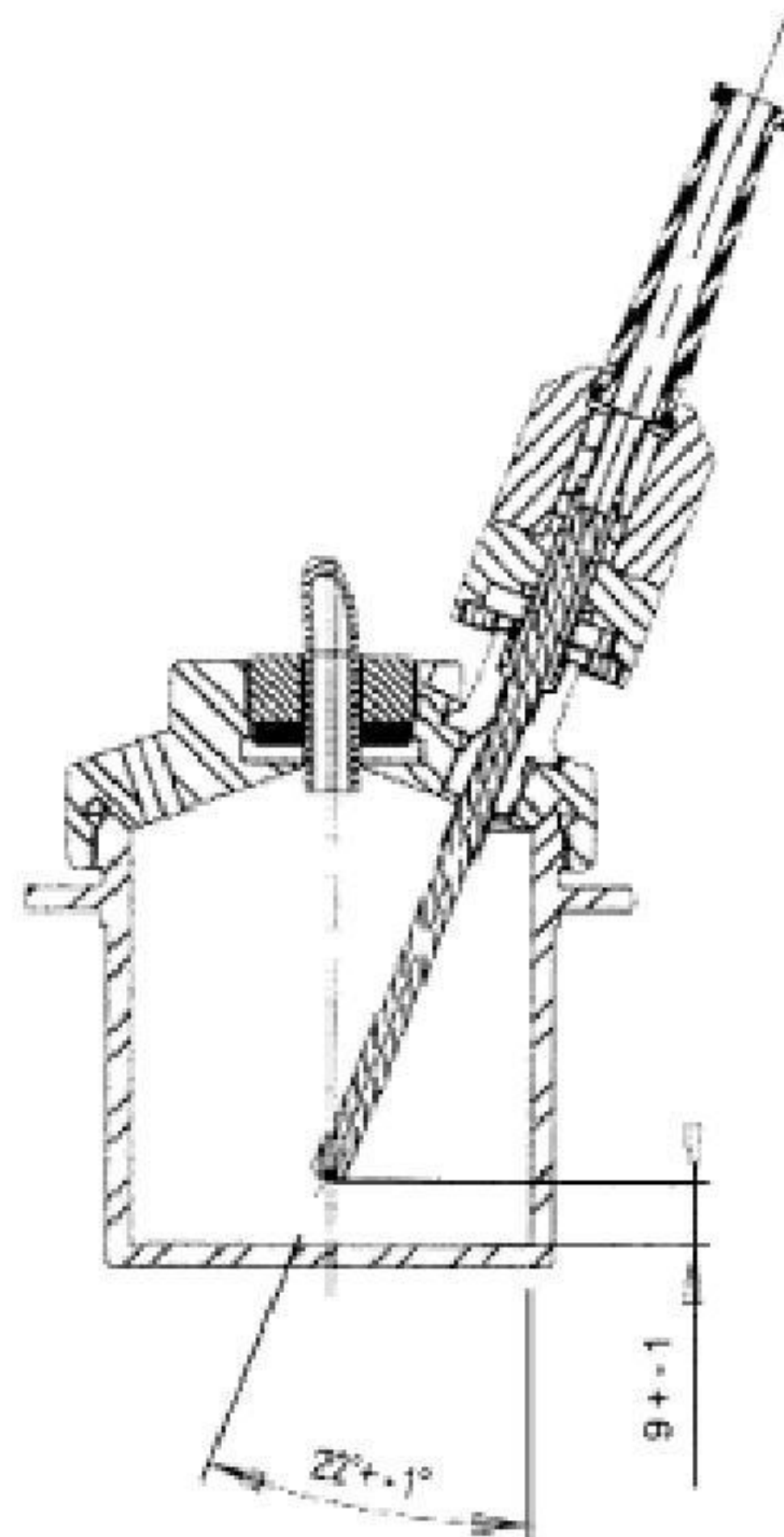
20.16 After 60 min, the test is automatically stopped, and the end of the test alarm sounds. Remove the specimen temperature probe. Disconnect the extraction tube within 15 s maximum. Press down the locking lever. Remove the crucible. Stop the audible alarm by pressing on the OFF key.

20.17 Celupkan cawan di dalam air dingin dengan kedalaman minimum 30 mm.

20.17 Stand the crucible in a cold water bath to a minimum depth of 30 mm.

20.18 Periksa laporan yang sudah dicetak untuk memastikan bahwa kurva temperatur dan vakum sampel berada pada batasan yang telah ditentukan. Apabila salah satu dari grafik tidak berada pada batas yang ditentukan, pastikan peralatan sudah sesuai dengan ketentuan pabrikan dan bahwa prosedur telah diikuti. Setelah pemeriksaan ini, kembali lakukan pengujian mulai subpasal 20.2.

20.18 Check the printed report to ensure that the specimen temperature and the vacuum plotted curves stayed within the indicated limits. If one of the graph is not within the specified limits, check that the apparatus complies with the manufacturer's instruction and that the procedure has been adhered to. After these checks, rerun the test from 20.2.



**Gambar 10 - Posisi *probe* temperatur spesimen**  
**Fig. 10 - Specimen temperature probe positioning**



20.19 Setelah 30 menit, keluarkan cawan dari penangas air, keringkan bagian luarnya dan buka tutup dengan hati-hati. Tahap ini sangat kritis. Pastikan sampel tidak tersentuh bagian dalam penutup.

20.19 After 30 min, remove the crucible from the water bath, dry the outside, and carefully remove the lid. This phase is very critical. Make sure that the sample is never in contact with the inside part of the lid.

**CATATAN 11** Sangat penting selama penanganan cawan, pada awal dan akhir pengujian, agar jangan sampai specimen di dalam cawan memercik ke bagian dalam tutup. Jika hal ini terjadi, akan berakibat kehilangan yang lebih besar dan pengujian harus diulang kembali.

**NOTE 11** It is very important during the manipulation of the crucible, at the start and the end of the test, to not splash the internal face of the cover with the specimen in the cup. When this occurs, it leads to higher losses and *the test must be rerun*.

20.20 Timbang kembali cawan tanpa penutup dengan ketelitian 0,01 gram.

20.20 Reweigh the crucible without the lid to the nearest 0,01 g.

20.21 Hitung massa  $M_2$  dengan mengurangkan berat cawan kosong dari berat hasil pengukuran pada subpasal 20.19.

20.21 Calculate the  $M_2$  mass by subtracting the empty cup mass from the mass measured in 20.19.

20.22 Hitung hingga akurasi 0.1% M/M kehilangan akibat penguapan fluida acuan, dengan menggunakan rumus berikut:

20.22 Calculate to the nearest 0.1 % M/M the evaporation loss of the reference fluid, using the following equation:

$$\frac{(M_1 - M_2)}{M_1} \times 100 \quad (4)$$

keterangan :

$M_1$  = berat sampel sebelum pengujian, dan

$M_2$  = berat sampel setelah pengujian, pada temperatur 245,2 °C.

where:

$M_1$  = specimen mass before the test, and

$M_2$  = specimen mass after the test at 245,2 °C.

20.23 Bandingkan hasil yang diperoleh dengan nilai dari fluida acuan. Jika hasilnya masih dalam batas-batas yang ditentukan, lanjutkan ke Pasal 21.

20.23 Compare the result obtained against the given value for the reference fluid. If the result is within limits, proceed to Section 21.

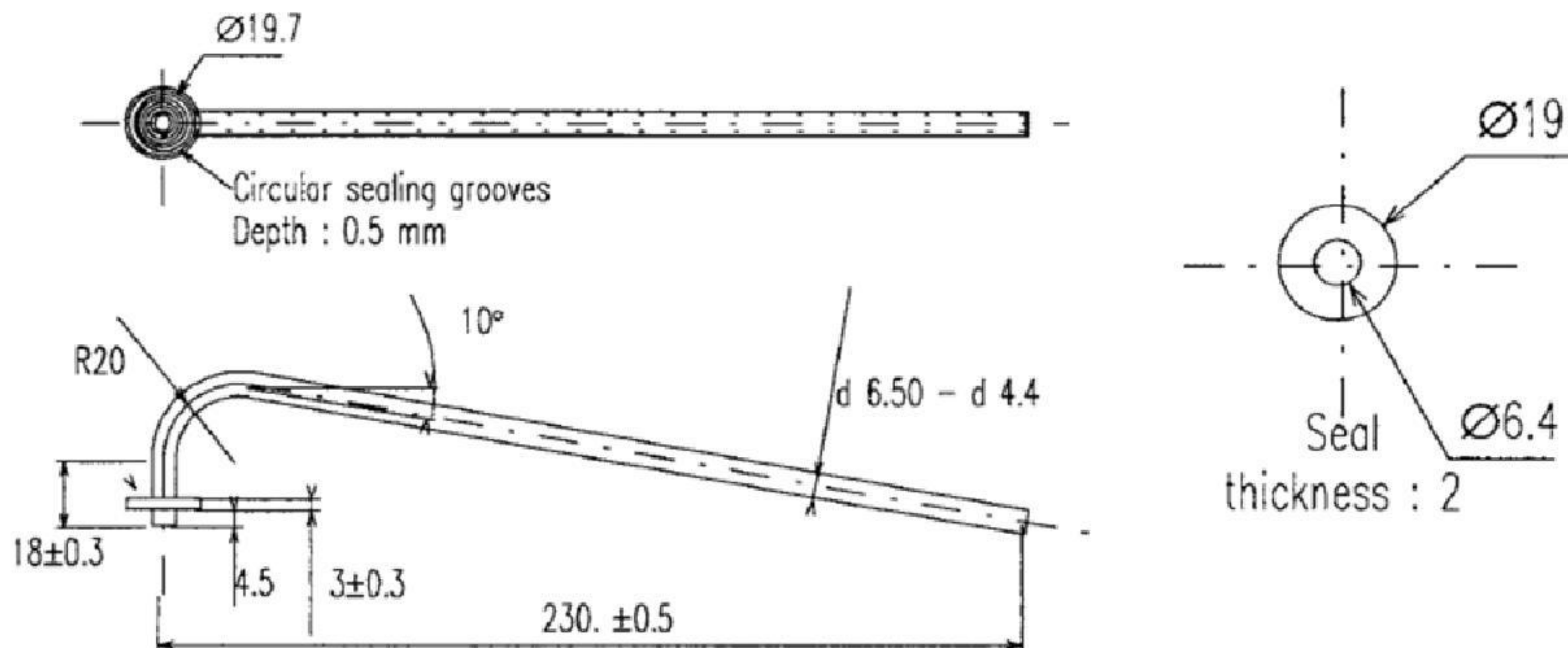
20.24 Jika hasilnya tidak berada pada batas-batas yang ditentukan, pastikan bahwa peralatan sudah sesuai dengan ketentuan pabrik dan bahwa prosedur telah dijalankan.

20.24 If the result is not within the limits, check that the apparatus complies with the manufacturer's instruction and that the procedure has been adhered to.

20.25 Periksa kembali kehilangan akibat penguapan dari minyak acuan. Untuk melakukannya, kembali ke Subpasal 20.2.

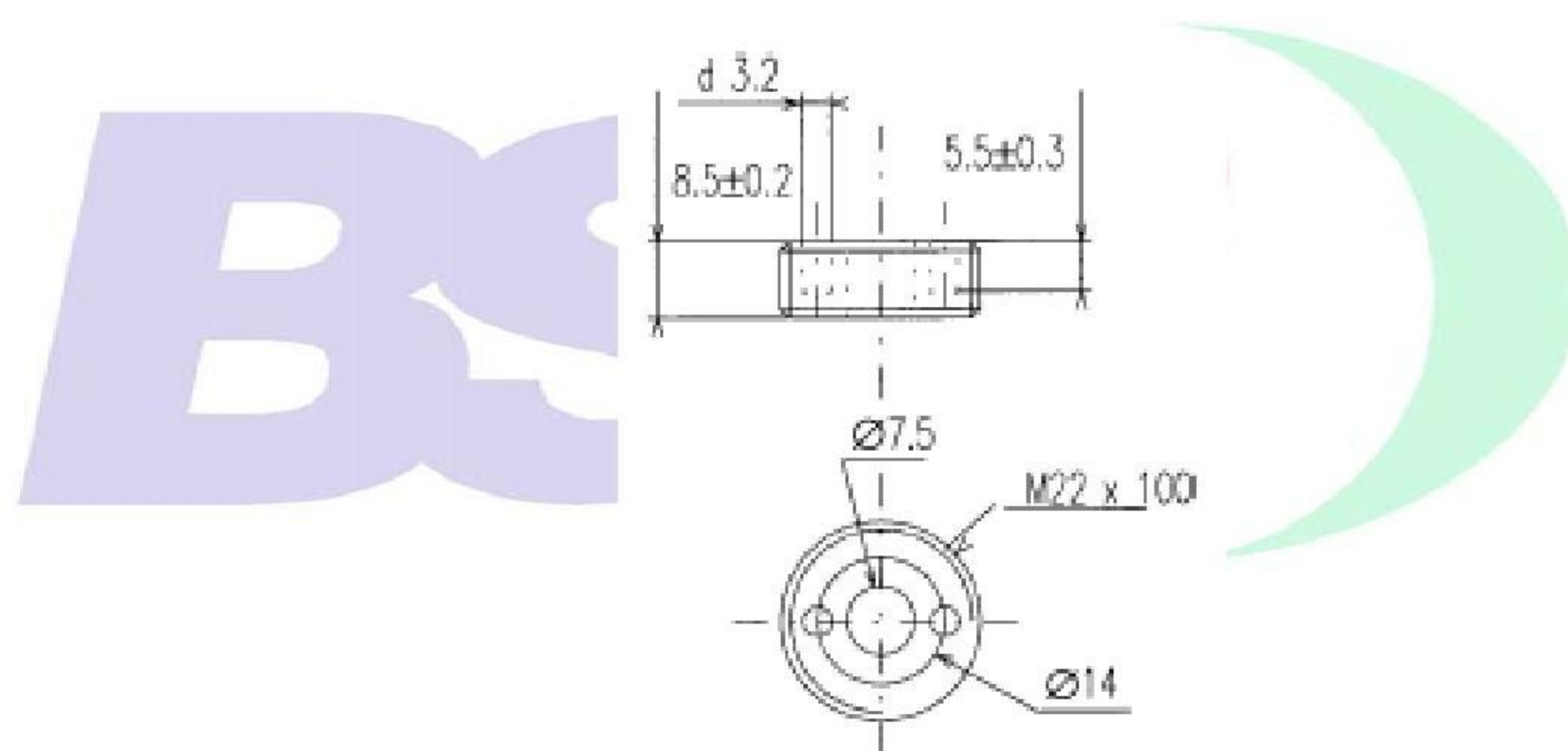
20.25 Recheck the evaporation loss of the reference oil. To do so, proceed as described in 20.2.





**Gambar 11 - Pipa ekstraksi (*stainless steel*) dengan penyekatnya (Rincian 3 dan 4 dari Gambar 7)**

**Fig. 11 - Extraction tube (*stainless steel*) with its seal (Details 3 and 4 of Fig. 7)**



**Gambar 12 - Sekrup pipa ekstraksi (*stainless steel*) (Rincian 5 dari Gambar 7)**

**Fig. 12 - Extraction tube nut (*stainless steel*) (Detail 5 of Fig. 7)**

## 21 Prosedur

21.1 Timbang ke dalam cawan sebanyak  $(65,0 \pm 0,1)$  g sampel uji sampai presisi 0,01 gram.

**CATATAN 12** Sampel harus sesuai dengan Prosedur D4057 atau Prosedur D4177.

21.2 Lanjutkan seperti pada subpasal 20.3 – 20.20.

21.3 Hitung dengan ketelitian 0,1% M/M, kehilangan akibat penguapan dengan menggunakan Persamaan 4.

## 21 Procedure

21.1 Weigh into a tared crucible  $(65 \pm 0,1)$  g representative of test specimen to a precision of 0,01 g.

**NOTE 12** Sample in accordance with Practice D4057 or Practice D4177.

21.2 Proceed as described in 20.3-20.20.

21.3 Calculate to the nearest 0,1% M/M the evaporation loss of the specimen, using Eq 4.



## 22 Perhitungan

22.1 Kehilangan akibat penguapan adalah selisih berat sebelum dan sesudah pengujian. Sampel dipanaskan sesuai dengan profil temperatur yang terekam pada sampel ketika dilakukan pengujian dengan peralatan *Woods metal* (selama 1 jam pada temperatur 250 °C), dengan kompensasi lama pengujian otomatis. Kompensasi ini digunakan karena pengujian mungkin dimulai dengan suatu blok pemanas pada temperatur kamar, atau pada temperatur panas ketika beberapa pengujian dilakukan tanpa tahap pendinginan. Pengecekan kondisi ini dapat dilakukan dengan laporan tercetak. Hitung kehilangan akibat penguapan, menggunakan rumus berikut:

$$[(M_1 - M_2) / M_1] \times 100 \quad (5)$$

### keterangan :

$M_1$  = B – A,  
 $M_2$  = C – A,  
 A = berat cawan kosong,  
 B = berat cawan plus sampel, dan  
 C = berat cawan plus sampel sesudah pengujian.

### where:

$M_1$  = B – A,  
 $M_2$  = C – A,  
 A = empty crucible weight,  
 B = crucible plus specimen weight, and  
 C = crucible plus specimen after the test.

22.2 Beberapa perbedaan yang konsisten pada hasil yang ditentukan menggunakan prosedur A dan B telah diamati tergantung pada jenis sampel yang diuji. Suatu hasil pengujian diperoleh dengan menggunakan salah satu prosedur dapat ditransformasikan ke hasil perkiraan berdasarkan prosedur lain sebagai berikut:

22.2.1 Minyak lumas mesin — hubungan berikut ini didasarkan pada hasil-hasil pengujian round robin pada minyak lumas mesin dengan kemungkinan penguapan berkisar antara 10,5 sampai 21,5% Noack:

$$\text{Value by Noack Procedure B} = 1,030 \times \text{Value by Noack Procedure A} \quad (6)$$

$$\text{Value by Noack Procedure A} = 0,970 \times \text{Value by Noack Procedure B} \quad (7)$$

Batas keyakinan 95% untuk koefisien regresi pada Persamaan 6 adalah 1,021 hingga 1,033; sedangkan untuk koefisien persamaan 7 adalah 0,968 sampai 0,980.

22.2 Some consistent differences in results determined using Procedures A and B have been observed depending on the type of sample tested. A test result obtained using one of the procedures can be transformed to an estimated result on the basis of the other procedure as follows:

22.2.1 Formulated engine oils—The following relationships are based on the round robin test results on formulated engine oils with volatilities in the range of 10,5 to 21,5% Noack:

The 95% confidence limits for the regression coefficient in Eq 6 are 1,021 to 1,033; those for the coefficient in Eq 7 are 0,968 to 0,980.



22.2.2 Hubungan berikut ini didasarkan pada hasil-hasil pengujian round robin pada *basestocks* dengan volatilitas antara 4 sampai 25% Noack:

22.2.2 The following relationships are based on round robin test results on *basestocks* with volatilities in the range of 4 to 25% Noack:

$$\text{Value by Noack Procedure B} = 0,962 \times \text{Value by Noack Procedure A} \quad (8)$$

$$\text{Value by Noack Procedure A} = 1,039 \times \text{Value by Noack Procedure B} \quad (9)$$

Batas keyakinan 95% untuk koefisien regresi pada persamaan 8 adalah 0,950 hingga 0,959; sedang untuk koefisien pada Persamaan 9 adalah 1,043 hingga 1,053.

The 95% confidence limits for the regression coefficient in Eq 8 are 0,950 to 0,959; those for the coefficient in Eq 9 are 1,043 to 1,053.

**CATATAN 13** Hasil perhitungan residu Noack tidak boleh dibulatkan sebelum menggunakan faktor perkalian yang diberikan dalam Persamaan 6 - 9.

**NOTE 13** The results of Noack residue should not be rounded up before using the multiplication factors given in Eq 6 - 9.

## 23 Pelaporan

## 23 Report

23.1 Laporkan informasi berikut:

23.1 Report the following information:

23.1.1 Kehilangan akibat penguapan dengan akurasi hingga 0,1% M/M (metode pengujian D5800, prosedur B).

23.1.1 The nearest 0,1% M/M as evaporation loss (Test Method D5800, Procedure B).

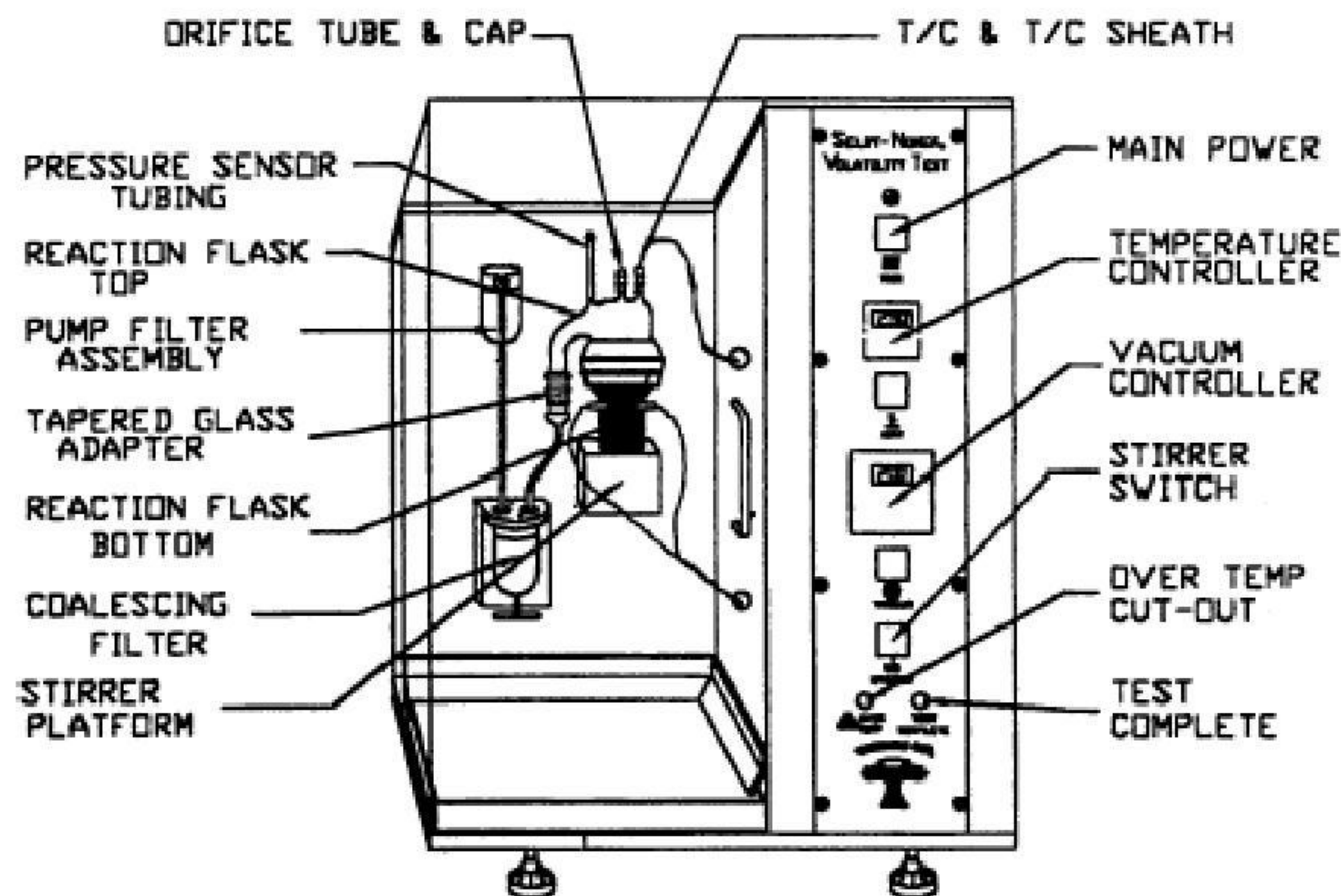
23.2. Konversi nilai-nilai dari D5800 A atau D5800 B ke yang lainnya:

23.2 Conversion of values from either D5800 A or D5800 B to the other:

23.2.1 Hanya jika sifat dari sampel pengujian sudah diketahui pasti, dengan kata lain telah diketahui bahwa *basestock* atau minyak lumas mesin, kehilangan akibat penguapan yang dihitung pada 22.2.1 berdasarkan Prosedur A atau Prosedur B dapat dikonversi menjadi hasil yang sama berdasarkan prosedur yang lain. Persamaan yang sesuai dari yang disebut di atas harus dipilih dan digunakan sesuai dengan jenis sampel yang diuji (minyak lumas mesin atau *basestock*).

23.2.1 Only if the nature of the test specimen is known with certainty, in other words, it is known to be either a *basestock* or a formulated engine oil, the evaporation loss calculated in 22.2.1 on the basis of either Procedure A or Procedure B may be converted to an equivalent result on the basis of the other procedure. The appropriate equation from those above should be selected and applied according to the type of the sample tested (formulated engine oil or *basestock*).





**Gambar 13 - Peralatan uji Selby-Noack**  
**Fig. 13 - Selby-Noack test equipment**

23.3 Laporkan hasil konversi dari Prosedur A ke B, atau Prosedur B ke A dengan akurasi 0,1% M/M sebagai kehilangan akibat penguapan dari sampel pengujian yang dikonversi dari prosedur asli ke prosedur berdasarkan perhitungan.

23.3 Report the converted result from Procedure A to B, or Procedure B to A to the nearest 0,1% M/M as evaporation loss of the test sample as converted from the original procedure to the calculated basis procedure.

23.4 Jika sifat sampel tidak diketahui apakah minyak lumas dasar atau minyak lumas mesin, maka hasil pengujian menggunakan D5800 B harus dianggap sudah dilakukan sesuai D5800 B dan nilai persentase penguapan yang didapat memerlukan informasi tambahan tentang sifat sampel agar perhitungan bisa dilakukan guna mendapatkan nilai standar yang dihasilkan oleh D5800 A.

23.4 If the nature of the test specimen is not known as being either a basestock or a formulated engine oil, then the results of the test using D5800 B must be identified as being run under D5800 B and the value of percent evaporation so obtained will require additional information on the nature of the test specimen for calculations to be made to generate the standard value produced by D5800 A.

23.4.1 Hasil konversi harus dilaporkan sebagai D5800 A (dikonversi dari hasil yang diperoleh dengan D5800 B) atau sebagai D5800 B (dikonversi dari hasil-hasil yang diperoleh dengan D5800 A).

23.4.1 Converted results should be reported as D5800 A (converted from the results obtained by D5800 B) or as D5800 B (converted from the results obtained by D5800 A).

## 24 Presisi dan bias<sup>5</sup>

## 24 Precision and bias<sup>5</sup>

**CATATAN 14** Peralatan yang terdapat pada ISL, BP 40, 14790 VERNON Francis - digunakan untuk menyatakan presisi bagi Prosedur B.<sup>5</sup>

**NOTE 14** Equipment available from ISL, BP 40, 14790 VERNON - France was used to develop the precision statement for Procedure B.<sup>5</sup>

24.1 Untuk memperkirakan presisi Prosedur B, hasil-hasil pengujian dari studi antar laboratorium dianalisis berdasarkan Prosedur D6300.

24.1 To estimate the precision of Procedure B, the test results from the interlaboratory study were analyzed following Practice D6300.



24.2 Penelitian antar laboratorium mencakup delapan jenis minyak, dua minyak lumas dasar dan enam minyak lumas jadi, diuji pada dua belas laboratorium.

24.2 The interlaboratory study included eight oils, two base oils, and six finished oils, tested in twelve laboratories.

24.3 Presisi metode uji ini sebagaimana ditetapkan melalui perhitungan statistik atas hasil-hasil pengujian antar laboratorium adalah sebagai berikut:

24.3 The precision of this test method, as determined by the statistical examination of the interlaboratory study test results, is as follows:

24.3.1 *Repeatability* — Perbedaan antara dua hasil tes yang diperoleh operator yang sama menggunakan alat yang sama dengan kondisi operasi konstan pada bahan uji yang sama dalam jangka panjang akan melebihi angka berikut ini hanya pada satu kasus dari dua puluh kasus.

24.3.1 *Repeatability* — The difference between two tests results obtained by same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would, in the long run, exceed the following value in only one case in twenty.

$$\text{Repeatability} = 0,095X^{0.5} \quad (10)$$

**keterangan**

X = rata-rata dari dua buah penentuan yang terkait.

**where**

X = average of the two determinations under consideration.

24.3.2 *Reproducibility* — Perbedaan antara dua hasil tunggal dan independen yang diperoleh dua operator yang berbeda, bekerja di laboratorium yang berbeda atas bahan uji yang sama dalam jangka panjang akan melebihi nilai berikut ini hanya pada satu kasus dari dua puluh kasus.

24.3.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test materials would, in the long run, exceed the following value in only one case in twenty.

$$\text{Repeatability} = 0,26X^{0.5} \quad (11)$$

**keterangan**

X = rata-rata dari dua penentuan terkait.

**where**

X = average of the two determinations under consideration.

24.4 Bias — Karena tidak terdapat acuan yang sesuai untuk menentukan bias pada prosedur ini, pernyataan tentang bias belum dibuat.

24.4 Bias — Since there is no accepted reference suitable for determining the bias for this procedure, no statement on bias is being made.



## Prosedur C pengujian volatilitas dengan Selby Noack

## Procedure C Selby-Noack volatility test

### 25 Peralatan<sup>6</sup>

25.1 Peralatan Selby-Noack (Gambar 13) termasuk peralatan gelas dan bagian-bagian lain sebagai berikut :

25.1.1 Alas tabung reaksi, mampu memanaskan sampel dengan cepat hingga temperatur uji 250 °C.

25.1.2 Tutup tabung reaksi.

25.1.3 Filter Penggabungan.

25.1.4 Filter pompa.

25.1.5 Pipa orifis.

25.1.6 Tutup orifis dari berbagai ukuran.

25.1.7 Sarung termokopel.

25.1.8 Batang pengaduk magnetis.

25.1.9 Alat pemanas.

25.1.10 Batang pengukur, panjang diketahui.

25.1.11 Cincin-O Viton O.

25.1.12 *Cartridges* filter gabungan.

25.1.13 *Cartridges* filter pompa.

25.2 Timbangan dapat menimbang paling sedikit 300 g dengan ketelitian 0,01 g.

25.3 Gelas Ukur, 600 mL.

25.4 Cincin *Cork*, mampu menyangga tabung pengumpul ketika ditimbang.

25.5 Penunjuk waktu digital.

25.6 Adaptor gelas lancip.

### 26 Pereaksi dan bahan

26.1 Pelarut pembersih seperti *VarClean* mampu membersihkan *varnish* dari peralatan gelas.

26.2 Pelarut hidrokarbon, misalnya heksana.

26.3 Minyak acuan dengan nilai volatilitas rata-rata.

<sup>6</sup> Sumber tunggal dari pasokan peralatan yang telah dikenal oleh komisi saat ini adalah Tannas Co. 4800 James Savage Rd. Midland, MI 48642. jika Anda mengenal pemasok alternatif harap sampaikan informasi ini kepada kantor pusat ASTM International. Usul Anda akan sangat diperhatikan selama rapat komisi teknis yang bertanggung jawab, dimana Anda mungkin ikut menghadiri.

### 25 Apparatus<sup>6</sup>

25.1 Selby-Noack instrument, (see Fig. 13) including glassware and other parts as follows:

25.1.1 Reaction flask bottom, capable of heating a sample quickly to test temperatures of 250 °C.

25.1.2 Reaction Flask Top.

25.1.3 Coalescing Filter.

25.1.4 Pump Filter.

25.1.5 Orifice Tube.

25.1.6 Orifice Cap, of a set of incremental sizes.

25.1.7 Thermocouple Sheath.

25.1.8 Magnetic Stir Bar.

25.1.9 Thermocouple.

25.1.10 Measuring Rod, of known length.

25.1.11 Viton O-rings.

25.1.12 Coalescing Filter Cartridges.

25.1.13 Pump Filter Cartridges.

25.2 Balance, capable of weighing at least 300 g to the nearest 0,01 g.

25.3 Beaker, 600 mL.

25.4 Cork Ring, capable of supporting collection flask during weighing.

25.5 Digital Timer.

25.6 Tapered Glass Adapter.

### 26 Reagents and materials

26.1 Cleaning Solvent, such as *VarClean*, capable of removing varnish from glassware

26.2 Hydrocarbon Solvent, such as hexane.

26.3 Average Volatility Reference Oil.

<sup>6</sup> The sole source of supply of the apparatus known to the committee at this time is Tannas Co., 4800 James Savage Rd., Midland, MI 48642. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee<sup>1</sup>, which you may attend.



26.4 Minyak acuan dengan nilai penguapan yang tinggi. 26.4 High volatility reference oil.

26.5 Minyak lumas pompa, yang cocok untuk pompa vakum yang digunakan. 26.5 Pump oil, suitable for vacuum pump installed in instrument.

## 27 Persiapan peralatan

## 27 Preparation of apparatus

27.1 Tempatkan peralatan pada suatu tempat di laboratorium yang meminimalkan fluktuasi tekanan udara. Vent stopkontak pompa vakum ditempakan pada bagian belakang instrumen dengan kepala tabung logam atau plastik ke outlet yang cocok. Apakah instrumen ditempatkan di bangku cadangan atau di tenda, pastikan alat built-in door (yang berfungsi baik sebagai konsep kontrol dan perisai keselamatan) yang tertutup rapat dan terkunci untuk semua kalibrasi dan tes seperti yang diilustrasikan pada Gambar.13.

27.1 Locate the instrument on a laboratory bench if possible (rather than a hood) to minimize atmospheric pressure fluctuation. Vent the vacuum pump outlet provided on the back of the instrument with a metal or plastic tube leading to a suitable exhaust outlet. Whether the instrument is placed on the bench or in a hood, make sure the instrument's built-in door (which serves as both draft control and safety shield) is firmly closed and latched for all calibrations and tests as illustrated in Fig.13.

27.2 Tetapkan tinggi keluaran pipa *orifice* dengan tinggi 11,4 cm di atas dasar labu reaksi.

27.2 Set the height of the outlet of the orifice tube 11,4 cm above the inside bottom of the reaction flask.

27.2.1 Ukur panjang batang pengukur dan panjang pipa *orifice* (tanpa tutup) dalam cm.

27.2.1 Measure the length of the measuring rod and the length of the orifice tube (without the cap) in centimetres.

27.2.2 Tambahkan panjang pipa *orifice* tanpa tutup menjadi 11,4 cm.

27.2.2 Add the measured length of the orifice tube without the orifice cap to 11,4 cm.

27.2.3 Gunakan angka yang didapat pada 27.2.2 untuk menentukan panjang batang pengukur dengan melekatkan penahan di bagian atasnya. Hal ini akan memberikan angka yang diharapkan yaitu tinggi dari bagian bawah batang pengukur sampai bagian bawah penahan.

27.2.3 Use the value obtained in 27.2.2 to set the length of the measuring rod by affixing the collar at that height. This will give the desired value from the lower tip of the measuring rod up to the bottom of the collar.

27.2.4 Putar plastik tirus pada pipa *orifice* ke arah bagian atas dan pastikan tutup *orifice* terbuka.

27.2.4 Turn the tapered plastic piece on the orifice tube toward the top of threaded section and be sure the orifice cap is removed.

27.2.5 Untuk sementara gabungkan bagian atas dan bawah reaktor dan kembalikan pipa *orifice* keposisinya.

27.2.5 Temporarily assemble the top and bottom pieces of the reactor and put the orifice tube in position.

27.2.6 Masukkan batang pengukur ke dalam pipa *orifice*. Jika bagian bawah batang menyentuh bagian bawah reaktor sisi bawah penahan harus berada di atas

27.2.6 Insert the measuring rod through the orifice tube. When the lower end of the rod is in contact with the reactor bottom, the lower surface of the collar should be above the



ujung atas pipa *orifice*.

upper end of the orifice tube.

27.2.7 Atur plastik tirus ke *orifice* agar dicapai kontak minimum antara bagian atas pipa *orifice* dan bagian bawah penahan pada batang pengukur hingga dicapai posisi yang benar.

27.2.7 Adjust the tapered plastic piece on the orifice down to achieve very light contact between the upper end of the orifice tube and the lower surface of the collar on the measuring rod to establish the proper position.

27.3 Masukkan kedua konektor termokopel ke dalam tempatnya di kabinet.

27.3 Insert the two thermocouple connectors into the thermocouple receptacles on the cabinet.

27.4 Masukkan kabel pemanas ke dalam penghubungnya di kabinet.

27.4 Insert the heater cable into the heater connection on the cabinet.

27.5 Pastikan bahwa bagian dalam reaktor bawah sudah bersih (lihat Subpasal 30.5) dan bahwa peralatan gelas, perangkat keras, dan perpipaan sudah bebas dari sisa-sisa minyak.

27.5 Be sure that the inside of the reactor bottom is clean (see 30.5) and that the other glassware, hardware, and tubing are free of any oil residue.

27.6 Jika pengumpulan uap minyak diperlukan, bersihkan rumah filter gabungan dengan pelarut hidrokarbon, keringkan, dan pasang filter *cartridge* yang baru.

27.6 If collection of the volatilized oil is desired, clean the coalescing filter housing with a hydrocarbon solvent, dry, and install new filter cartridge.

27.7 Hidupkan saklar listrik utama yang berada pada panel depan.

27.7 Turn on the main power switch located on the front panel.

27.8 Sebelum mengoperasikan peralatan tutup dahulu pintu pengamannya.

27.8 Before operating the instrument close the shield door.

## 28 Kalibrasi

## 28 Calibration

28.1 Kalibrasi termokopel pada temperatur 100 °C atau lebih tinggi menggunakan termometer bersertifikat atau alat pengukur temperatur standar lainnya dan, jika perlu, atur *offset* kalibrasi pada pengontrol temperatur sesuai dengan petunjuk pabrikan.

28.1 Calibrate the thermocouple at 100 °C or higher against a certified thermometer or other standard temperature measuring device and, if necessary, adjust the calibration offset on the temperature controller according to the manufacturer's instructions.

28.2 Panaskan dahulu labu reaksi bawah dengan meletakkan labu yang bersih (berikut pengaduk magnetis di dalamnya) di atas alasnya. Letakan termokopel di dalam labu dan pastikan bahwa ujungnya menyentuh dinding bagian dalam. Atur pengontrol temperatur pada 100 °C dan hidupkan alat pemanas. Jika temperatur sudah mencapai 100 °C hidupkan pengatur waktu selama 5 menit.

28.2 Preheat reaction flask bottom by placing the clean flask (with magnetic stirrer inside) on the reaction flask platform. Place the thermocouple inside the flask and be sure that the tip is firmly touching the inside wall. Set the temperature controller for 100 °C and turn on the heater switch. When the temperature reaches 100 °C, start the timer for 5 min.



28.3 Sesudah 5 menit, matikan alat pemanas dan tunggu hingga temperatur labu di bawah 50 °C. Setelah pendinginan, periksa berat kering dari labu reaksi bawah dan bandingkan dengan berat sebelumnya.

**CATATAN 15** Penimbangan yang berurutan harus konstan (dengan selisih  $\pm 0,02$  g) meskipun beratnya akan berkurang secara teratur setelah penggunaan sehari-hari atau berbulan-bulan. Penambahan berat yang mendadak atau fluktuasi berat merupakan indikasi bahwa lapisan insulasi bagian luar labu reaksi bawah telah tercemar dan labu harus dipanaskan berulang sesuai dengan Subpasal 28.2 hingga berat yang konstan tercapai.

28.4 Timbang labu berikut alat pengaduknya dan catat massanya dengan ketelitian 0,01 g.

28.5 Tuangkan minyak acuan seberat  $(65\text{g} \pm 0,02)$  g ke dalam labu reaksi. Catat massa minyak dengan ketelitian 0,01 g.

28.6 Masukkan tutup *orifice* dengan ukuran yang sesuai ke dalam pipa *orifice* hingga tersekat dengan baik. Masukkan pipa *orifice* (berikut tutupnya) ke tengah gelas tirus pada labu reaksi atas dan pastikan telah terpasang dengan benar.

28.7 Masukkan pelindung termokopel tanpa termokopel-nya, ke dalam penghubung pada labu reaksi atas dengan lengkung menjauh dari lengan gelas.

28.8 Hubungkan labu reaksi atas dan bawah kemudian masukkan semuanya ke dalam penjepit labu yang tersedia.

28.9 Naikkan alas pengaduk untuk menstabilkan labu reaksi bawah.

28.10 Jika pengumpulan uap minyak diperlukan, timbang filter gabungan termasuk filter *cartridge*-nya dan catat hasilnya dengan ketelitian 0,01 g.

28.11 Pasang pengikat dengan panah mengarah sesuai aliran udara (mengarah ke pompa vakum).

28.12 Hubungkan pipa penggabung ke ujung dari adaptor gelas (yang kelak akan

28.3 After the 5 min has expired, turn off the heater switch and wait for the flask to cool below 50 °C. After cooling, check the dry weight of the reaction flask bottom against the weight of previous weighings.

**NOTE 15** The sequential weighings should be reasonably constant (that is, within  $\pm 0,02$  g) although the weight will decrease in a regular way over days and months of use. Any sudden increase in weight or erratic fluctuation is an indication that the outside insulating coating of the bottom reaction flask has been contaminated and the flask should be repeatedly baked according to 28.2 until constant weight is reestablished.

28.4 Weigh the flask with the stirring bar and record the value to the nearest 0,01 g.

28.5 Pour  $(65\text{ g} \pm 0,02)$  g of reference oil into the reaction flask. Record the mass of the oil to the nearest 0,01 g.

28.6 Insert the appropriate orifice cap size into orifice tube making certain there is a good seal. Insert the orifice tube (with the orifice cap) into the center glass tapered joint on the reaction flask top and make certain it has seated properly.

28.7 Insert the thermocouple sheath, without the thermocouple, into the thermocouple connection on the reaction flask top with the bend facing away from the glass sidearm.

28.8 Join the reaction flask top and bottom and insert the assembly into the flask clip provided.

28.9 Raise the stirrer platform to stabilize the reaction flask bottom.

28.10 If collection of volatiles is desired, weigh the clean coalescing filter assembly including the filter cartridge and record the results to the nearest 0,01 g.

28.11 Mount to bracket with the arrow pointing in the direction of air flow (toward the vacuum pump).

28.12 Connect the inlet coalescer tubing to the barbed end of the tapered glass adapter



- dihubungkan ke lengan labu reaksi atas). (which will be later connected to the reaction flask top side arm).
- 28.13 Hubungkan pipa gabungan itu ke lubang, masukkan filter gabungan dan hubungkan adaptor gelas tirus ke lengan atas labu reaksi kemudian kunci dengan klem pengaman. 28.13 Connect the tubing to the input side of the coalescing filter and connect the tapered glass adapter to the reaction flask top side arm and secure with a glass joint clamp.
- 28.14 Hubungkan pipa vakum dari filter pompa (di atas filter gabungan) ke penghubung keluaran pada filter gabungan. 28.14 Connect the vacuum hose from the pump filter (above the coalescing filter) to the output connection on the coalescing filter.
- 28.15 Hubungkan pipa dari sensor tekanan ke penghubung pada labu reaksi atas disebelah lengannya. Setelah hubungan disiapkan pastikan bahwa labu reaksi atas telah sejajar dengan labu reaksi bawah dan bahwa perekat cincin-O di antara keduanya sudah pada posisi yang benar. 28.15 Connect the hose from the pressure sensor to the barbed connection on the reaction flask top next to the sidearm. After connections are made, check that the reaction flask top is horizontal with the reaction flask bottom and that the O-ring seal between them is in proper position.
- 28.16 Masukkan termokopel ke dalam pelindungnya sedemikian rupa sehingga pipa plastiknya menutup sambungan antara termokopel dan pelindungnya. Ini akan memastikan tidak ada kebocoran 28.16 Slide the thermocouple into the thermocouple sheath in such a manner that the plastic tubing seals the joint between the thermocouple and the thermocouple sheath. This will ensure no leaks.
- 28.17 Pastikan bahwa termokopel menyentuh dinding. Hal ini dapat diamati dengan melihat ke bawah melalui labu reaksi atas. Penting bahwa termokopel menyentuh bagian dalam dinding labu reaksi paling sedikit 0,5 inci di bawah permukaan minyak untuk mendapatkan hasil yang benar. 28.17 Make certain that the thermocouple contacts the wall. This can be viewed by looking down through the top of the reaction flask top. It is important that the thermocouple touches the inside wall of the reaction flask at least 0,5 in below the surface of the oil for proper results.
- 28.18 Dengan sakelar buka/tutup pengontrol vakum diset ke tengah atau ke posisi alir, hidupkan sakelar on/of vakum di bagian atas konsol. 28.18 With the vacuum control Open/Close switch set to the middle or Flow position, turn on the Vacuum On/Off switch on the upper console.
- 28.19 Tekan ke bawah sakelar alat pengukur Faktor/aliran/set poin dan dengan menggunakan pemutar, atur vakum pada pembacaan 2,00 cm (20 mm) air. Jika pembacaan sudah menunjukkan angka 2,00, matikan sakelar pengukur faktor/aliran/set poin. 28.19 Press down the Gauge Factor/Flow/Set Pt. switch and, using the Set Point dial, adjust the vacuum to 2,00 cm (20 mm) of water on the meter readout. When at a reading of 2,00, release the Gauge Factor/Flow/Set Pt. switch.
- 28.20 Tekan salah satu jari dengan mantap di atas lubang penutup *orifice* dan ubah sakelar buka/tutup kontrol vakum ke posisi tertutup. Pembacaan vakum harus meningkat ke angka yang stabil (yaitu di 28.20 Press one finger tightly over the hole in the orifice cap and toggle the vacuum control Open/Close switch to the closed position. The vacuum reading should increase to a stable value (this must be below 19,00 cm of



bawah 19,00 cm air). Setelah stabil dan jari masih ditempatnya, matikan pompa vakum dan perhatikan pembacaan vakum untuk meyakinkan kevakuman tetap terjaga. Lepaskan jari dari penutup *orifice* dan pantau sekali lagi pembacaan vakum: sekarang harus menurun dengan cepat ke pembacaan nol.

28.21 Jika terdapat kebocoran periksa semua sambungan gelas, pipa *orifice* dan pelindung termokopel apakah masih berada di tempat dengan benar. Ulangi langkah pada subpasal 28.20. Jika tidak terdapat kebocoran lanjutkan ke subpasal 28.22.

**CATATAN 16** Gemuk vakum temperatur tinggi dapat digunakan untuk menutup kebocoran, jika perlu. Gemuk vakum tidak boleh digunakan pada komponen yang ditimbang selama prosedur pengujian.

28.22 Dengan sakelar vakum yang sudah dihidupkan dan dipertahankan pada 2,00 cm air, hidupkan pengaduk. Verifikasi proses pengadukan secara visual.

28.23 Setel kontrol temperatur pada 250 °C dan hidupkan sakelar pemanas. Pengatur waktu otomatis akan diaktifkan ketika sakelar pemanas dihidupkan. Pengatur waktu akan menghentikan pemanas, vakum dan motor pengaduk setelah satu jam.

28.24 Biarkan unit menjadi dingin hingga temperatur yang aman untuk penanganan (sekitar 20 menit). Sarung tangan dapat digunakan untuk menangani peralatan selama masih panas.

28.25 Timbang minyak yang teruapkan (jika perlu)

28.25.1 Lepaskan pipa dari rangkaian filter gabungan dan lepaskan rangkaian tersebut dari pengikatnya.

28.25.2 Timbang seluruh rangkaian filter gabungan dan catat hasilnya dengan ketelitian 0,01 g. Kurangkan berat rangkaian kering sebelumnya subpasal 28.10 untuk mendapatkan berat uap minyak.

water). Once stabilized and with finger still in place, turn the vacuum pump off and monitor the vacuum to observe how well it maintains the vacuum. Remove finger from the orifice cap and again monitor the vacuum; it should quickly decrease to a zero reading.

28.21 If there is a leak, recheck all of the glass fittings, the orifice tube and the thermocouple sheath for proper seating. Repeat step 28.20. If there is no leak then continue to 28.22.

**NOTE 16** High temperature vacuum grease may be used to seal leaks, if necessary. Vacuum grease should not be used on components that are weighed during the test procedure.

28.22 With the vacuum switch already on and controlling at 2,00 cm of water, turn on the stirrer. Visually verify the stirring.

28.23 Set the temperature controller to 250 °C and turn on the heater switch. An automatic timer will activate when the heater switch is turned on. The timer will turn off the heater, vacuum, and stirring motor after 1 h.

28.24 Allow the unit to cool down to a temperature safe for handling (approximately 20 min). Gloves may be used to handle while hot.

28.25 Weigh the volatilized oil (if desired).

28.25.1 Remove the tubing from the coalescing filter assembly and remove the assembly from the bracket.

28.25.2 Weigh the entire coalescing filter assembly and record the results to the nearest 0,01 g. Subtract previous dry assembly weight from 28.10 to obtain the weight of volatilized oil.



28.25.3 Simpan uap minyak, jika perlu, dengan pengosongan melalui katup pembuang di bagian bawah rumah filter gabungan.

28.25.3 Save the volatilized oil, if desired, by draining out through the petcock in the bottom of the coalescing filter housing.

28.26 Lepaskan pipa sensor tekanan dan termokope, kemudian angkat labu reaksi atas. Pipa *orifice* dan pelindung termokopel bisa dibiarkan di tempatnya selama pembersihan dan pemasangan kembali (jika masih ada minyak yang tersisa pada ujung pelindung, sentuhkan ke dinding reaktor bawah agar bisa kembali ke labu reaksi).

28.26 Remove the pressure sensor tube and the thermocouple, and then remove the reaction flask top. The orifice tube and thermocouple sheath may be left in position during cleaning and reassembly. (If any oil is clinging to the sheath tip, touch it to the side wall of the reactor bottom to return it to the reaction flask.)

28.27 Timbang dan catat berat labu reaksi bawah ditambah sisa minyak dengan ketelitian 0,01 g kemudian minyak sisa boleh dibuang atau disimpan untuk analisa lebih lanjut.

28.27 Weigh and record the reaction flask bottom plus remaining residual oil to the nearest 0,01 g and either discard or save the residual oil for further analysis.

28.28 Bersihkan semua peralatan gelas dan perangkat keras sebagai mana dijelaskan pada subpasal 30.1 – 30.7.

28.28 Clean all glassware and hardware as described in 30.1-30.7.

28.29 Hitung persentase kehilangan akibat penguapan fluida acuan dengan ketelitian 0,1% (lihat Pasal 31)

28.29 Calculate the percent volatility loss of the reference fluid to the nearest 0,1 % (see Section 31).

28.30 Bandingkan hasil tersebut dengan nilai fluida acuan yang diketahui. Jika hasilnya masih dalam batas, lanjutkan ke Prosedur Sampel.

28.30 Compare the result to the given value of the reference fluid. If results are within limits, proceed to the Sample Procedure.

28.31 Jika hasil tersebut tidak berada dalam batas-batas fluida acuan, cek bahwa prosedur sudah diikuti dan bahwa peralatan sudah disiapkan dengan baik tanpa kebocoran. Periksa kalibrasi kontrol temperatur dan alat sensor tekanan.

28.31 If the result is not within the limits of the reference fluid check that the procedure has been followed and that the apparatus is set up properly with no leaks. Check the calibration of the temperature controller and pressure sensing device.

**CATATAN 17** Prosedur untuk kalibrasi alat kontrol temperatur dan pengendali tekanan dapat dibaca dalam pedoman pengoperasian pengujian volatilitas dari *Selby-Noack*.

**NOTE 17** Procedures for calibration of the temperature controller and pressure controller can be found in the Operations Manual for the Selby-Noack Volatility test.

28.32 Jika tidak terdapat kesalahan dalam persiapan atau prosedur yang telah dilakukan, lanjutkan dengan mengubah ukuran penutup *orifice*. Ukuran tersebut harus bertambah sebesar 0,001 untuk setiap perubahan yang sesuai dengan 0,3% kehilangan akibat penguapan. Pipa orifis yang dipilih harus yang paling kecil agar hasilnya akurat. Ulangi pengujian

28.32 If no errors in setup or procedure are identified, proceed to changing the size of the orifice cap. The size should be changed in increments of 0,001, with each change corresponding to a directly related change of 0,3% evaporation loss. The orifice chosen should be of the smallest size giving accurate results. Rerun the test on the reference fluid after making any changes.



fluida acuan sesudah dilakukan perubahan.

**CATATAN 18** Apabila menggunakan peralatan gelas yang baru atau ukuran *orifice* tidak diketahui mulailah dengan *orifice* berukuran 0,084 dan naikan terus hingga mencapai hasil yang baik.

**NOTE 18** If using new glassware, or approximate orifice size is unknown, begin with an 0,084 orifice and increase until good results are achieved.

28.33 Jika masalah tetap berlanjut hubungi pabrikan peralatan yang bersangkutan.

28.33 If problems persist, contact the instrument manufacturer.

## 29 Prosedur sampel

## 29 Sample procedure

29.1 Lakukan langkah-langkah pada subpasal 28.4 – 28.28 dengan mengganti fluida acuan dengan sampel.

29.1 Perform steps 28.4-28.28 substituting a test sample for the reference fluid.

29.2 Hitung persentase kehilangan akibat penguapan sampel hingga ketelitian 0,1%.

29.2 Calculate the percent evaporation loss of the test sample to the nearest 0,1%.

29.3 Kumpulkan uap minyak (jika diperlukan untuk analisa lebih lanjut) dari filter gabungan dengan menaruh sebuah wadah kecil di bawah filter dan membuka katup pembuang untuk mengeluarkan minyak.

29.3 Collect the volatilized oil (if desired for further analysis) from the coalescing filter by placing a small container under the filter petcock and opening it to release the oil.

**CATATAN 19** Dianjurkan bahwa fluida acuan diuji untuk memastikan kalibrasi pada awal rangkaian pengujian sampel dan pada awal hari operasi untuk melanjutkan pengujian. Apabila pengujian tidak dilakukan setiap hari, periksa fluida acuan pada setiap awal hari operasi. Jika persentase kehilangan akibat penguapan fluida acuan tidak berada pada batas yang ditetapkan, periksa peralatan agar pengoperasian lebih akurat atau kalibrasi ulang sebelum sampel diuji, atau keduanya.

**NOTE 19** It is recommended that a reference fluid be tested to confirm calibration at the beginning of each series of sample tests and at the beginning of every other day of continuous testing. If testing is not conducted on a daily basis, test the reference fluid at the beginning of each test day. If the percent evaporation loss of the reference fluid is not within limits, check the instrument for operating precision or re-calibrate before samples are tested, or both.

## 30 Pembersihan

## 30 Cleaning

30.1 Bersihkan semua peralatan gelas dan perangkat keras, kecuali labu reaksi bawah, dengan pelarut hidrokarbon yang sesuai (misalnya hexana, heptana, cyclo-hexana).

30.1 Clean all of the glassware and hardware, with the exception of the reaction flask bottom, with a suitable hydrocarbon solvent (for example, hexane, heptane, cyclo-hexane).

30.2 Jika filter gabungan akan digunakan untuk mengumpulkan uap minyak, filter dapat dibersihkan sambil dilepas. Buka sekrup wadah minyak, keluarkan rumah filternya, dan bersihkan dengan pelarut hidrokarbon yang sesuai (hexana, heptana, cyclo-hexana). Pada saat

30.2 If the coalescing filter is to be used for collecting volatilized oil, it can be cleaned while disassembled. Unscrew the collection cup, remove the filter cartridge, and clean with a suitable hydrocarbon solvent (for example, hexane, heptane, cyclo-hexane). Upon reassembly, the filter cartridge can be



memasang kembali filter *cartridge* dapat diganti dengan yang baru dan bersih. Filter dapat juga dilepas dari pengikatnya, jika perlu dibersihkan.

replaced with a new, clean cartridge. The filter can also be removed from the bracket, if necessary, for cleaning.

30.3 Untuk mencegah minyak menyentuh bagian luar labu reaksi bawah, selubungi bagian luar bibir labu reaksi dengan handuk bersih dan segera tuangkan isinya ke dalam sebuah gelas ukur untuk mengambil batang pengaduk. Sambil masih memegang labu secara terbalik lepaskan handuknya, bersihkan dan keringkan bibir labu dan kemudian cuci bagian dalam labu menggunakan pelarut hidrokarbon. Jika unit sudah bersih keringkan dengan handuk lain.

30.3 In order to prevent oil from coming into contact with the outside of the reaction flask bottom, wrap the outside lip of the reaction flask bottom with clean toweling and quickly pour out the contents into a beaker in order to catch the stirrer bar. While still holding the flask upside down remove the towel, wipe the lip dry, and then carefully rinse the inside of the flask with a hydrocarbon solvent. When the unit is clean, wipe it dry with another towel.

**CATATAN 20** Jika isolator yang menutup labu reaksi bawah terkontaminasi, ikuti petunjuk pada Catatan 15.

**NOTE 20** If the insulating covering of the reaction flask bottom becomes contaminated, follow the directions in Note 15.

30.4 Jika minyak tumpah ke bagian luar insulasi labu reaksi bagian bawah, segera bersihkan minyak dengan pelarut hidrokarbon yang sesuai. Lakukan dengan hati-hati jangan sampai minyak menyebar ke bagian lain dari isolator. Jika semua minyak sudah dikeluarkan, keringkan labu reaksi bawah dengan hembusan udara. Labu harus benar-benar kering pada temperatur kamar sebelum melanjutkan prosedur pengujian.

30.4 If oil is spilled on the outside insulation of the reaction flask bottom, immediately rinse the oil off with a suitable hydrocarbon solvent. Exercise care not to spread the oil to other areas of the insulation. When all oil has been removed, dry the reaction flask bottom with an air source. The flask should be allowed to completely dry at room temperature before continuing with the test procedure.

30.5 Tuangkan 10 mL pelarut pembersih *varnish* ke dalam labu reaksi bawah. Masukkan handuk kertas bersih ke dalam pelarut dan seka ke bagian dalam labu dengan merata, hingga semua *varnish* yang masih tertinggal di dinding menjadi bersih. Bilas dengan air panas kemudian keringkan.

30.5 Place 10 mL of a varnish removing solvent into the reaction flask bottom. Insert clean paper towel into the solvent and wipe inside of flask thoroughly, removing any varnish that may be present on the wall. Rinse carefully with hot water and dry.

30.6 Apabila pada komponen gelas lain terdapat lapisan *varnish*, bersihkan dengan cara yang sama seperti pada subpasal 30.5 atau rendam komponen tersebut ke dalam campuran setengah air dengan pelarut atau pelarut *varnish* murni semalaman.

30.6 If other glass parts develop a varnish film, clean these with the same procedure as indicated in 30.5 or put the parts into a half/half water or full-strength solution of varnish remover overnight.

30.7 Dengan handuk yang sudah diberi pelarut pembersih *varnish*, bersihkan ujung termokopel. Seka dengan handuk basah panas kemudian keringkan untuk menghilangkan sisa pelarut pembersih.

30.7 With a towel dampened with varnish removing solvent, clean the end of the thermocouple. Wipe with towel dampened with hot water and dry to remove any remaining cleaning solvent.



## 31 Perhitungan

31.1 Persentase penguapan ditentukan oleh berat minyak yang hilang, yang dihitung sebagai hasil pengurangan berat labu dan minyak sesudah pengujian (lihat subpasal 28.27) dari berat sebelum pengujian (lihat subpasal 28.4 dan 28.5)

**CATATAN 21** Persentase penguapan diperoleh dengan menghitung kehilangan massa labu reaksi dibagi massa minyak sampel yang telah dicatat sebelumnya, yaitu jika berat minyak sampel 65,1 g dan berat minyak yang hilang adalah 10,2 g, maka persentase tersebut adalah  $(10,2 \text{ g}/65,1 \text{ g}) \times 100\% = 15,67\%$ .

31.2 Massa uap minyak yang terkumpul dihitung sebagai hasil pengurangan berat filter gabungan sebelum pengujian (lihat Subpasal 28.10) dari berat filter pada akhir pengujian (lihat Subpasal 28.26).

**CATATAN 22** - Persentase uap minyak yang terkumpul diperoleh dengan membagi massa uap minyak yang terkumpul dengan massa minyak yang hilang, yaitu jika berat filter gabungan kosong adalah 163,2 g dan berat filter gabungan sesudah penguapan bertambah 9,8 g, dan jika berat minyak yang hilang seperti ditunjukkan pada Subpasal 31.1 adalah 10,2 g, maka persentase uap minyak yang terkumpul adalah  $(9,8 \text{ g}/10,2 \text{ g}) \times 100\% = 96,08\%$ .

## 32 Pelaporan

32.1 Laporkan kehilangan akibat penguapan dengan akurasi 0,1%.

32.2 Jumlah data tersedia yang terbatas menunjukkan bahwa Prosedur A dan C memberikan hasil yang sama untuk minyak lumas mesin. Akan tetapi, tidak diperoleh data sejenis untuk minyak lumas dasar. Diperlukan penelitian lebih lanjut untuk menghitung hubungannya.

## 33 Presisi<sup>5</sup>

**CATATAN 23** Peralatan yang terdaftar di dalam laporan penelitian<sup>5</sup> digunakan untuk

## 31 Calculation

31.1 Percent volatility is determined by mass loss found by subtracting the combined weight of the flask bottom and oil after testing (see 28.27) from their combined weight before the test (see 28.4 and 28.5).

**NOTE 21** The percent volatility is obtained by taking the mass loss of the reaction flask and dividing that by the exact mass of the test oil sample recorded earlier: that is if weight of the oil sample is 65,1 g and weight of the oil lost is 10,2 g, then  $(10,2 \text{ g}/65,1 \text{ g}) \times 100 = 15,67 \%$ .

31.2 The mass of volatiles collected is obtained by subtracting the coalescing filter assembly weight before the test (see 28.10) from its weight at the end of the test (see 28.26).

**NOTE 22** - The percent of volatiles collected is obtained by dividing the mass of volatiles collected by the mass loss: that is, If the weight of the empty coalescing filter assembly is 163,2 g and the weight of the filter assembly after volatilization gained 9,8 g, and if the weight loss shown by 31.1 is 10,2 g, then  $(9,8 \text{ g}/10,2 \text{ g}) \times 100 = 96,08 \%$  of the volatiles were collected.

## 32 Report

32.1 Report the evaporation loss to the nearest 0,1 %.

32.2 Limited amount of data available shows that Procedures A and C give similar results for formulated engine oils. However, no comparative data is available for the basestocks. Further work is necessary to quantitate the relationship.

## 33 Precision<sup>5</sup>

**NOTE 23** The equipment listed in the research report,<sup>5</sup> was used to develop this precision





membuat pernyataan presisi ini. Ini bukan merupakan pengesahan atau sertifikasi oleh *ASTM International*.

statement. This is not an endorsement or certification by ASTM International.

33.1 Penelitian antar laboratorium mencakup enam jenis minyak yang diuji pada delapan peralatan dan oleh delapan operator yang berbeda. Sampel yang diukur di dalam penelitian ini adalah minyak lumas mesin dengan rentang kehilangan berat antara 11,84% sampai 20,18%.

33.1 The interlaboratory study included six test oils tested on eight apparatus with eight different operators. The samples measured in the study were engine oils covering the range of 11,84% loss to 20,18% loss.

33.2 *Repeatability* — Perbedaan antara hasil uji yang berulang-ulang, diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

33.2 Repeatability — The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value in only one case in twenty:

$$\text{Repeatability, \% evaporation loss} = 0,81 \quad (12)$$

33.3 *Reproducibility* — Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus:

33.3 Reproducibility—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test materials would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value in only one case in twenty:

$$\text{Reproducibility, \% evaporation loss} = 1,62 \quad (13)$$

#### 34 *Quality control* untuk prosedur A, B, dan C

#### 34 *Quality control* for procedures A, B, and C

34.1 Prosedur A, B dan C memerlukan kepastian kinerja peralatan dengan menganalisa sampel *quality control* (QC).

34.1 Procedures A, B, and C require confirmation of the performance of the apparatus by analyzing a quality control (QC) sample.

34.2 Sebelum memantau proses pengukuran, pemakai metode pengujian ini harus menentukan nilai rata-rata dan batas kontrol dari sampel QC (lihat Prosedur D6299 dan MNL 7.<sup>7</sup>)

34.2 Prior to monitoring the measurement process, the user of the test method needs to determine the average value and control limits of the QC sample. (See Practice D6299 and MNL 7.<sup>7</sup>)

<sup>7</sup> ASTM MNL7, *Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis*, 6<sup>th</sup> ed., Section 3, *Control Chart for Individuals*, ASTM International, W. Conshohocken, PA 19428.

<sup>7</sup> ASTM MNL7, *Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis*, 6<sup>th</sup> ed., Section 3, *Control Chart for Individuals*, ASTM International, W. Conshohocken, PA 19428.



34.3 Catat hasil QC dan lakukan analisa berdasarkan grafik kontrol atau teknik lain yang setara secara statistik untuk memastikan status kontrol yang berhubungan dengan statistik dari keseluruhan proses pengujian (lihat Prosedur D6299 dan MNL 7.<sup>7</sup>) Setiap data yang di luar kontrol harus diselidiki dengan cepat sampai akar permasalahan. Hasil penelitian ini mungkin menyebabkan kalibrasi ulang peralatan, namun tidak selalu.

34.4 Periode pengujian QC tergantung pada stabilitas proses pengujian, persyaratan pelanggan dan rekomendasi pabrikan pembuat peralatan. Presisi sampel QC harus diperiksa secara berkala terhadap presisi metode uji ASTM untuk memastikan kualitas data.

34.5 Dianjurkan, jika mungkin, jenis sampel QC yang diuji secara berkala telah mewakili sampel yang dianalisa secara rutin. Persediaan sampel QC yang cukup harus disiapkan selama masa penggunaan dan harus homogen serta stabil selama masa penyimpanan.

34.3 Record the QC results and analyze by control charts or other statistically equivalent techniques to ascertain the statistical control status of the total testing process. (See Practice D6299 and MNL 7.<sup>7</sup>) Any out-of-control data should trigger investigation for root cause(s). The results of this investigation may, but not necessarily, result in instrument recalibration.

34.4 The frequency of QC testing is dependent on the demonstrated stability of the testing process, customer requirements and the recommendations of the equipment manufacturer. The QC sample precision should be periodically checked against the ASTM test method precision to ensure data quality.

34.5 It is recommended that, if possible, the type of QC sample that is regularly tested be representative of the samples routinely analyzed. An ample supply of QC sample material should be available for the intended period of use and must be homogeneous and stable under the anticipated storage conditions.

## **35 Kata kunci**

35.1 Kehilangan minyak lumas akibat penguapan, volatilitas Noack, volatilitas minyak lumas

## **35 Keywords**

35.1 evaporation loss of lubricants; Noack volatility; volatility of lubricants



**Lampiran**  
(informatif)

**X1. Petunjuk penting untuk  
volatilitas NOACK  
(Prosedur A dan B)**

**Appendixes**

(Nonmandatory Information)

**X1. Helpful hints for NOACK volatility  
(Procedures A and B)**

X1.1 Pastikan untuk menggunakan fluida manometer yang benar untuk mengisi manometer. Densitas fluida sangat penting dan harus sesuai jenisnya dengan manometer terkait (lihat subpasal 6.11, **CATATAN 1**). Milimeter air (secara implisit pada 1 G) adalah satuan tekanan. Tidak semua manometer pembacaannya dalam satuan milimeter air yang menggunakan air sebagai fluidanya. Baca buku pedoman atau hubungi pabrik untuk mendapatkan fluida manometer yang tepat.

X1.2 Pastikan bahwa reservoir manometer sudah terisi dan bacaan manometer menunjuk angka nol tanpa ada vakum atau tekanan. Kondisi ini harus diperiksa sebelum digunakan. Karena penguapan mungkin dibutuhkan pengisian ulang reservoir manometer. Juga penting bahwa unit ini dipasang pada posisi yang benar.

X1.3 Untuk manometer miring, pastikan pembacaan posisi permukaan (meniskus) sama yaitu posisi 1 dan 20 mm air.

X1.4 Pipa karet yang digunakan untuk penghubung harus diganti secara berkala karena percikan minyak berakibat karet mengembang setelah digunakan beberapa lama.

X1.5 Pembersihan secara berkala terhadap benda asing yang menempel pada bagian sistem pembuangan sangat diperlukan, khususnya pada Gelas Y.

X1.6 Terjadi penurunan temperatur penangas logam ketika memasukkan sampel. Pastikan temperatur kembali normal dalam waktu kurang lebih 3 menit.

X1.7 Aliran udara yang kuat atau turbulensi di sekitar sensor tekanan atau cawan panas dapat berakibat buruk terhadap presisi dan akurasi pengujian.

X1.1 Be sure to use the correct manometer fluid to fill the manometer. The density of the fluid is critical and must be of the type designed for the manometer (see 6.11, **Note 1**). Millimetres of water (implicitly at 1 G) is a unit of pressure. Not every manometer that gives readings in millimetres of water is made for use with water as the manometer fluid. Consult the manual or manufacturer for the correct manometer fluid properties.

X1.2 Be sure that the manometer reservoir is filled so that the manometer is reading exactly zero with no external vacuum or pressure. This should be checked before each run. Evaporation may require occasional refilling of the manometer reservoir. It is also important that the unit be properly leveled.

X1.3 For inclined manometers, be sure to read the meniscus at the same position at both 1 and 20 mm of water.

X1.4 Rubber tubes used for connections should be changed periodically because oil-mist causes rubber swelling after extended period of service.

X1.5 Cleaning at regular intervals of foreign material adhering on exhaust system parts, particularly on Y-glass piece, is necessary.

X1.6 There is a drop in metal bath temperature when inserting the sample. Monitor that the temperature recovers in approximately 3 min.

X1.7 Strong air drafts or turbulence around the pressure transducer or the heated crucible may adversely affect the test precision and accuracy. Do not place the



Jangan meletakkan peralatan di daerah aliran udara, namun demikian uap keluaran dari minyak yang menguap harus diberi ventilasi ke udara luar.

apparatus in a draft area; however, the exhaust fumes from the evaporating oil shall be ventilated to an outside source.

X1.8 Bersihkan cawan dan penutupnya dengan seksama, menggunakan pelarut di antara pengujian dan biarkan kering. Bersihkan *lacquer* yang mengeras dengan mencelupkannya ke dalam larutan deterjen panas, dengan menggosok perlahan menggunakan serbuk karborundum, atau dengan lembaran amplas halus.

X1.8 Clean the crucible and the cover thoroughly with solvent between tests and allow to dry. Remove stubborn lacquer by immersing in hot detergent solution, by light abrasion with fine carborundum powder, or a fine abrasive pad.

X1.9 Tingkat kevakuman harus diatur dan dipertahankan dengan akurat, karena sangat mempengaruhi nilai Noack. Jalankan pompa selama 30 menit sebelum pengujian. Pompa vakum harus dibersihkan setiap hari, menggunakan pelarut hidrokarbon, (hubungi pabrikan untuk rekomendasi pelarut yang sesuai). Jalankan uji tekanan setiap hari, biarkan vakum bekerja hingga tekanan menjadi stabil.

X1.9 Vacuum must be accurately set and maintained or the Noack values can be greatly altered. Run the pump for 30 min before testing. Vacuum pump should be cleaned out daily using a hydrocarbon solvent (consult manufacturer for a compatible solvent recommendation). Run a pressure test daily; let the vacuum run until the pressure stabilizes.

X1.10 Cairan kondensat di dalam pipa dan pada sambungan juga bisa menimbulkan masalah.

X1.10 Condensed liquid collecting in tubes and at junctions is also a common source of problem.

X1.11 Minyak acuan CEC, RL-172, harus dianalisa setiap kali sampel dianalisa. Pastikan bahwa Anda menggunakan minyak acuan dengan sertifikat kinerja yang benar. Beberapa pemasok mungkin tidak memperbaharui sertifikat kinerja minyak acuannya dengan benar. Ingat bahwa nilai kehilangan berat minyak akibat penguapan berbeda antara Prosedur A dan B.

X1.11 The CEC Reference Oil, RL-172, should be analyzed each day the samples are analyzed. Make sure the correct reference oil performance certificate is being used. Some suppliers may not be correctly updating their reference oil performance certificates. Note that the evaporation loss values differ for Procedures A and B.

X1.12 Kebersihan pipa ekstraksi, pipa gelas dan pipa silikon dan penyemprot udara harus dipastikan sebelum semua pengujian dilakukan

X1.12 Cleanliness of the extraction tube, glass and silicone tubing, and air jets should be assured prior to all tests.

X1.13 Kemungkinan kontaminasi pada sensor panas oleh kerak dan *Woods Metal* harus dipantau secara berkala. Jika ada, kerak harus dibuang.

X1.13 Possible contamination of the thermal sensor well with slag and Woods metal should be monitored. Slag should be checked and removed periodically after a series of runs.

X1.14 Periksa semua hubungan dan pastikan semua sudah kencang sebelum pengujian. Ketepatan sambungan tanpa adanya celah harus dijaga. Semua pipa

X1.14 Check all connections to be sure they are tight before test. Alignment of all connections without any restrictions should be maintained. All tubing should allow all flow



harus memungkinkan arus mengalir ke bawah, ke pompa vakum (tidak ada titik yang lebih rendah).

to travel downhill to the vacuum pump (no low points).

X1.15 Pastikan bahwa pegas penjepit *probe* temperatur bekerja dengan baik untuk menempatkan probe dengan benar. *Probe* temperatur harus dibersihkan untuk menghilangkan *varnish*.

X1.15 Verify that the temperature probe holder spring is working properly to seat the probe correctly. The temperature probe should be cleaned to remove varnish.

X1.16 Pada mesin otomatis, jika pembacaan tekanan tidak nol sebelum pengujian, kalibrasi ulang tekanannya.

X1.16 On automatic machines, if pressure reads different from zero before testing, recalibrate the pressure.

X1.17 Jika pipa ekstraksi terlepas, kencangkan atau periksa penjepitnya.

X1.17 If extraction tube is loose, tighten or check the gasket.

X1.18 Penangas *Woods metal* harus penuh dan melimpah di sekitar cawan dan lubang sensor panas.

X1.18 Woods metal bath must be full and overflowing around crucible and thermal sensor wells.

X1.19 Pada saat menangani cawan sampel, hati-hati jangan sampai sampel terpercik ke atas penutup cawan, khususnya ketika membuka penutup tersebut. Penggunaan alat pemegang khusus untuk memegang cawan dapat membantu menghindari percikan ketika menangani cawan (lihat subpasal 20.10)

X1.19 At all times while handling the sample crucible, be careful not to splash the test sample on the crucible lid, especially when removing the lid. Use of a table-mounted holder to hold the crucible may help prevent splashing while operating the crucible (see 20.10).

X1.19.1 Jangan terlalu kencang menutup cawan dan jangan menggunakan pipa ekstraksi sebagai pegangan untuk menutup atau membuka tutupnya.

X1.19.1 Do not overtighten the crucible lid, and do not use the extraction tube as a handle to tighten or open the lid.

X1.20 Pengaturan waktu — tempatkan cawan ke dalam penangas, hubungkan dengan vakum dan hidupkan pengatur waktu secara berurutan sesegera mungkin.

X1.20 *Timing* — Place the crucible in the bath, connect the vacuum and start timer in quick succession, as nearly simultaneously as possible.

X1.21 Hidupkan pompa sebelum menghidupkan stopwatch untuk pengujian. Peralatan elektronik harus selalu hidup selama sedikitnya 30 menit sebelum memulai pengujian pertama untuk pemanasan pengaturan pompa vakum. Direkomendasikan membiarkan peralatan elektronik hidup selama satu malam.

X1.21 Start the pump before starting the stopwatch for the test. Instrument electronics must be on for at least 30 min prior to the start of the first test to warm up the vacuum transducer. Leaving the electronics on overnight satisfies this recommendation.

X1.22 Secara berkala perlu membandingkan termometer kalibrasi dengan temperatur yang diukur selama pengujian. Rangkaian elektronik pengukur temperatur harus selalu diperiksa

X1.22 Monitor calibration thermometer versus recorded temperature occasionally during run. The temperature circuit electronics should be verified at least monthly using a calibrated temperature probe



sedikitnya sebulan sekali dengan simulator.  
menggunakan simulator *probe* temperatur  
yang sudah dikalibrasi.

X1.23 Akhir pengujian — lepaskan vakum  
pada akhir waktu pengujian dan tempatkan  
cawan ke dalam penangas pendingin tidak  
lebih dari satu menit.

X1.24 Hati-hati jangan sampai  
memiringkan cawan ketika menanganinya  
selama pengujian, khususnya pada tahap  
akhir.

X1.25 Penimbangan akhir jangan  
dilakukan sebelum cawan bertemperatur  
ruangan. Jangan membuka atau menutup  
cawan secara paksa (misalnya palu).

X1.26 Pada akhir pengujian, amati tekanan  
dan temperatur mesin otomatis untuk  
mengetahui bahwa semua parameter  
sudah bekerja selama operasi.

X1.23 *End of Test* — Disconnect vacuum at  
the end of the test time and place the  
crucible in cooling bath within 1 min.

X1.24 Be careful not to tilt the crucible in  
handling during the test, particularly at the  
end.

X1.25 Final weighing should not be done  
until the crucible is at room temperature. Do  
not use extra force (for example, hammers)  
to open or close the crucible.

X1.26 At the end of the test, check the  
pressure and temperature scans from  
automatic machines to see that proper  
parameters were maintained during the runs.







**Lampiran**  
(informatif)

**X2. Petunjuk penting untuk  
volatilitas SELBY-NOACK (Prosedur  
C)**

X2.1 Pastikan bahwa ketika memasang termokopel, menyentuh sisi labu reaksi bagian bawah. Hal ini dapat dilakukan dengan melihat melalui labu reaksi bagian atas.

X2.2 Untuk mengurangi masalah aliran udara, pastikan bahwa pipa dari unit keluaran atau ventilasi tidak tersumbat dimanapun.

X2.3 Untuk menghindari kebocoran, tempatkan semua peralatan gelas, pelindung alat pemanas dan pipa *orifice* dengan aman.

X2.4 Untuk mendapat hasil yang akurat, pastikan bahwa pengujian berlangsung selama sekitar satu jam ( $\pm 15$  detik)

X2.5 Pada akhir pengujian peralatan gelas bisa di lepas sesudah pendinginan selama 20 menit dengan menggunakan sarung tangan anti panas. Hal ini memungkinkan operasi berikutnya dengan segera menggunakan peralatan gelas yang lain.

X2.6 Alternatif lain adalah dapat menggunakan dua set labu reaksi bagian atas dan bawah dengan pipa orifis dan tutupnya masing-masing.

**Appendixes**

(Nonmandatory Information)

**X2. Helpful hints for SELBY-NOACK  
volatility (Procedure C)**

X2.1 Be sure that the thermocouple is touching the side of the reaction flask bottom. This can be accomplished by looking down through the reaction flask top when positioning the thermocouple.

X2.2 To reduce potential flow problems, make certain that the hose from the unit to the exhaust hood or vent is not pinched anywhere.

X2.3 To prevent leaks, securely seat all glassware, the thermocouple sheath, and the orifice tube.

X2.4 For accurate results, make certain that the test runs as close to 1 h as possible (within 15 s).

X2.5 At the end of the test, the glassware may be removed for the 20-min cool-down period using thermal gloves. This permits immediate starting of another run with a second set of glassware.

X2.6 Alternatively, two sets of top and bottom flasks may be used each with its own orifice tube and cap.



**Lampiran**  
(informatif)

**X3. Deflector aliran udara peralatan noack yang digunakan dalam prosedur A dan B**

X3.1 Lingkungan bebas aliran udara sangat penting dalam mengoperasikan alat Noack di laboratorium. Aksesori yang dijelaskan dalam Lampiran X3.1 dapat menjamin keamanan serta lingkungan bebas aliran udara, karena alat ini harus dioperasikan di dalam *hood*. Perangkat tersebut mengisolasi lingkungan blok pemanas menggunakan kotak logam, sehingga dapat mengurangi aliran udara secara cepat di sekitar sampel sambil terjadi pertukaran panas secara memadai.

X3.2 Aksesori untuk alat yang digunakan dalam prosedur A dan B dapat dibuat dari lembar aluminium 14 GA dengan kotak yang dipasang di bagian atas dari blok pemanas yang panjang dan lebarnya agak lebih besar daripada dimensi bagian atas blok pemanas. Kotak ini memiliki celah di sisi yang memungkinkan pipa outlet dan kabel sensor temperatur mencuat serta lubang di atas untuk panas lepas.

X3.3 Bentuk umum diagram aksesori ditunjukkan pada Gambar. X3.1. Model alat yang berbeda mungkin memerlukan dimensi yang sedikit berbeda dalam prakteknya.

**Appendixes**

(Nonmandatory Information)

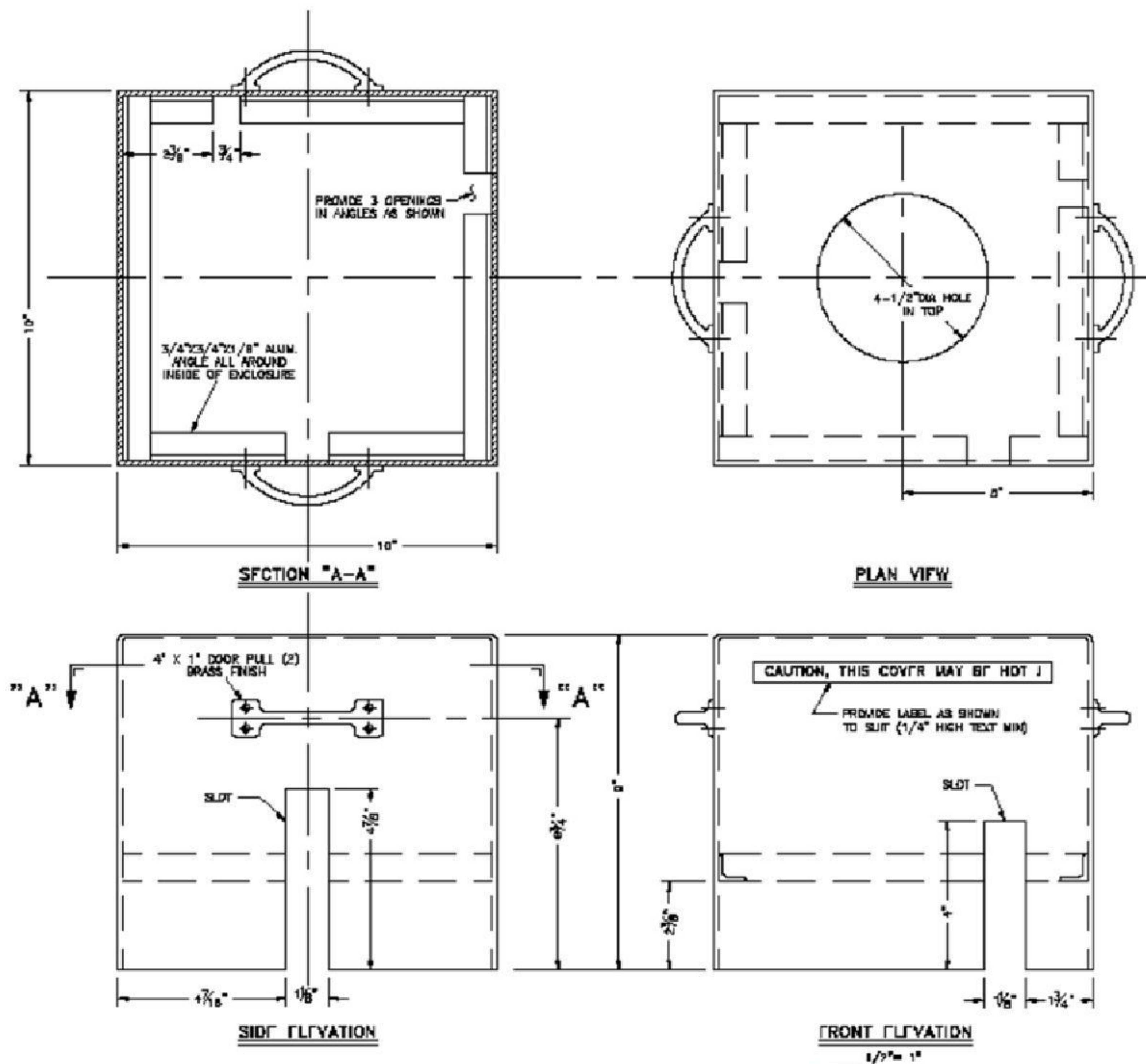
**X3. Draft-deflector for noack instruments used in procedures A and B**

X3.1 It is critical to have a draft-free environment for operating a Noack instrument in the laboratory. The accessory described in X3.1 seems to be able to ensure safety as well as a draft-free environment, since these instruments should be operated in a hood. The device isolates the instruments' heater block environment using a metal box, thus greatly reducing the air flow immediately around the sample while allowing sufficient thermal exchange.

X3.2 The accessory for instruments used in procedures A and B can be made from a 14 GA aluminum sheet for a box fitted to top of the heating block with its length and width somewhat larger than the dimensions of the top of the heating block. The box has slots in the sides to allow for protruding outlet tubes and temperature sensor wires and a hole in the top to allow heat escape.

X3.3 A diagram of the general form of the accessory is shown in Fig. X3.1. Different instrument models may require slightly different dimensions in practice.





**CATATAN 1** — Rancangan kamar dimensi disesuaikan.

**NOTE 1** — Fabricate enclosure to dimensions shown to suit.

**CATATAN 2** — Material kamar terbuat dari aluminium 14 GA.

**NOTE 2** — Enclosure material to be 14 GA aluminum.

**CATATAN 3** — Menangani dan 3/4-in. sudut yang akan terpaku di tempat.

**NOTE 3** — Handles and 3/4-in. angles to be riveted in place.

**Gambar. X3.1 Tutup atas peralatan lainnya**  
**FIG. X3.1 Rest apparatus top cover**



## Ringkasan perubahan

## Summary of changes

*Subcommittee* D02.06 telah menetapkan lokasi beberapa perubahan terhadap standard ini sejak edisi yang terakhir (D5800-08) yang mungkin berdampak pada penggunaan standard ini (disahkan pada tanggal 1 Agustus 2010)

Subcommittee D02.06 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D5800-08) that may impact the use of this standard. (Approved Aug.1, 2010)

(1) Penambahan baru CATATAN 9 yang menunjukkan potensi bahaya dalam pengoperasi model tertentu dari alat Noack.

(1) Added a new Note 9 indicating a potential hazard in the operation of certain models of the Noack instrument.

